

THÈSES

PRESENTEES A LA

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE PARIS

(Mention Sciences)

par Jacques AMOIGNON

1^{re} THÈSE. — La spectrométrie de masse appliquée à l'étude de l'étanchéité.

2^e THÈSE. — Proposition de la Faculté.

Soutenue le 12 juin 1962 devant la Commission d'Examen

P^r MORAND, *Président*

P^r MAGNAN
M^{me} DARMOIS } *Examineurs*



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41550215_0032

THÈSES

PRESENTEES A LA

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

POUR OBTENIR

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE PARIS

(Mention Sciences)

par Jacques AMOIGNON

1^{re} THÈSE. — La spectrométrie de masse appliquée à l'étude de l'étanchéité.

2^e THÈSE. — Proposition de la Faculté.

Soutenue le 12 juin 1962 devant la Commission d'Examen

P^r MORAND, *Président*

P^r MAGNAN { *Examineurs*
M^{me} DARMOIS }



FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE PARIS

PROFESSEURS

Doyen..... M. SAMANZKY

G. JULIA	T	Analyse supérieure et	LELONG	T	Application de l'analyse à la géométrie
DE BROGLIE	T	Algèbre supérieure	DEVILLERS	T	Anatomie et Histologie Comp.
PRENANT	T	Théories physiques			Botanique
GRASSE	T	Anatomie et Histologie comparées	EHRESMANN	T	Topologie Algébrique
PREVOST	T	Evolution des êtres organisés	FRANÇON	T	Physique (S.P.C.N.)
CHAUDRON	T	Chimie organique	GLANGEAUD	T	Géographie phys. et Géologie dynam.
WYART	T	Chimie appliquée	GODEMENT	T	Mathématiques (M.P.C.)
TEISSIER	T	Minéralogie et Cristal.	PISOT	T	Tech. Mathém. de la Phys.
MANGENOT	T	Zoologie	ROCH	T	Géologie
MONNIER	T	Biologie Vég. (Orsay)	SCHATZMAN	T	Astrophysique
PIVETEAU	T	Physique quantique et Relativité	TERMIER	T	Paléontologie stratig.
ROCARD	T	Physiologie Générale	ZAMANSKY	T	Mathématiques générales
CARTAN	T	Paléontologie	LENNUIER	T	Physique (M.G.P.)
FAVARD	T	Physique (E.N.S.)	RIZET	T	Génétique (Orsay)
LAFFITTE	T	Mathématiques (E.N.S.)	ROUTHIER	T	Géologie appliquée
COULOMB	T	Chimie générale	Mme TONNELAT	T	Physique Théorique
Mlle COUSIN	T	Géométrie supérieure	DIXMIER	T	Mathématiques (M.P.C.)
CHRETIEN	T	Physique du Globe	SOUCHAY	T	Chimie générale
DRACH	T	Biologie Animale (S.P.C.N.)	AIGRAIN	T	Electrotechnique générale
KASTLER	T	Chimie minérale	BRUSSET	T	Chimie systématique
EPHRUSSI	T	Zoologie	M. LEVY	T	Physique théorique des hautes énergies (Orsay)
RIVIERE	T	Physique (E.N.S.)			Chimie biologique
GAUTHERET	T	Génétique	Mme CHAIX	T	Biologie Végétale (P.C.B.)
LUCAS R.	T	Géologie S.P.C.N. et sédim.	Mme HUREL-PY	T	Chimie (M.P.C.)
THOMAS A.	T	Biologie Vég. (P.C.B.)	PIAUX	T	Mécanique théorique des Fluides
ARNULF	T	Recherches Physiques	BRUN	T	Chimie biologique
MORAND	T	Biologie cellulaire	LEDERER	T	Mathématiques (Agrégation)
SOLEILLET	T	Optique appliquée	Mme DUBREIL	T	Mathématiques (E.N.S.)
FORTIER	T	Physique Enseignement	Mme LE LONG	T	Géologie (S.P.C.N.)
DANJON	T	Physique (P.C.B.)	BELLAIR	T	Physique électricité
PETIT	T	Mécanique exp. des Fluides	COTTE	T	Chimie organique
QUENEY	T	Astronomie	DUBOIS J. E.	T	Zoologie (E.N.S.)
GALLIEN	T	Biologie maritime	LAMOTTE	T	Chimie Minérale (Orsay)
EICHHORN	T	Météorologie et dynamique atmosphér.	MICHEL A.	T	Energétique générale
		Embryologie	OLMER	T	Electricité (Orsay)
		Botanique	ROUAULT	T	Mécanique appliquée
DE CUGNAC	T	Biologie végétale (S.P.C.N.)	GAUTHIER	T	Chimie Physique
Mlle CAUCHOIS	S	Chimie Physique	BARCHEWITZ	T	Physique atomique
THELLIER	T	Physique du Globe	BROSSEL	T	Physiologie comparée
L'HERITIER	T	Biologie Générale (Orsay)	BUSER	T	Physiologie Végétale B.M.P.V.
GRIVET	T	Radioélectricité (Orsay)	CAMUS	T	Physique (Orsay)
PONCIN	T	Mécanique Générale	CASTAING	T	Minéralogie et cristallographie
DUBREIL	T	Arithmétique et théorie des Nombres	CURIEN	T	Physiologie Végétale (Orsay)
QUELET	T	Chimie Organique	MOYSE	T	Evolution des Etres Organiques
CAGNIARD	T	Géophysique appliquée	NOIROT	T	Chimie générale (Orsay)
CHAMPETIER	T	Chimie macromoléculaire	PANNETIER	T	Zoologie
CUVILLIER	T	Micropaléontologie	POSSOMPES	T	Chimie théorique
JUNG	T	Pétrographie	PULLMANN	T	Physique Nucléaire et Radioactivité
TRILLAT	T	Microscopie et diffraction électronique	TEILLAC	T	Biologie Physico-chimique
WIEMAN	T	Chimie organique et structures	TONNELAT	T	Econométrie
JACQUINOT	T	Spectroscopie et physique céleste (Orsay)	VILLE	T	Chimie (P.C.B.)
			WILLEMART	T	Chimie (Orsay)
VASSY	T	Physique de l'atmosphère	DODE	T	Recherches Physiques
DESTOUCHES	T	Théories Physiques	FREYMAN	T	Biologie Végétale S.P.C.N. (Orsay)
AMIEL	T	Chimie générale	GUINOCHET	T	Chimie (P.C.B.)
HOCART	T	Minéralogie et Cristallographie	ROLLET	T	Chimie S.P.C.N.
J. P. MATHIEU	T	Physique (Optique)	Mlle JOSIEN	T	Géométrie algébrique et théorie des groupes
COUTEAUX	T	Biologie animale (P.C.B.)	CHEVALLEY	T	Electronique (Orsay)
MAY	T	Zoologie (Orsay)			Physique (Orsay)
CHOQUET	T	Théorie des fonctions de Topologie	ARNOULT	T	Mathématiques (Orsay)
FELDMANN	T	Biologie Végétale marine	CHAPELLE	T	Mathématiques Générales Orsay)
GUINIER	T	Physiques des Solides (Orsay)	DELANGE	T	Mécanique théorique des fluides
JOST	T	Physiologie comparée	DENY	T	Géologie
FORTET	T	Calcul des Probabilités et Physique mathématique	GERMAIN	T	Chimie Physique
SCHWARTZ	T	Calcul diff. et Intégral	LUCAS G.	T	Physique Fondamentale des Hautes Energies (Orsay)
CHOUARD	T	Physiologie Végétale	ALLARD	T	Météorologie et phys. de l'Atmosphère
MALAVARD	T	Aviation (Techn. Aéronautique)	BERTHELOT	T	Psychophysiologie
BRELOT	T	Calcul diff. et intégral	BRICART	T	Physique des Solides (Orsay)
NORMANT	T	Synthèse organique générale			Etudes des Moléculaires naturelles complexes
BENARD	T	Chimie Minérale	Mme ALBE-FESSARD	T	Biologie Animale (S.P.C.N.) Orsay
BUVAT	T	Botanique (E.N.S.)	FRIEDEL	T	Physico-chimie des radioéléments
DUGUE	T	Statistiques Mathématiques	M. JULIA	T	Electrochimie
SOULAIREC	T	Psychophysiologie			Chimie du métabolisme
ULRICH	T	Physiologie Végétale	LENDER	T	Physiologie Animale (Orsay)
KIRRMANN	T	Optique théorique et Appliquée	MAGAT	T	Analyse numérique
CHADEFAUD	T	Théories Chimiques	Mlle QUINTIN	T	
Mlle LE BRETON	T	Physiologie de la nutrition	MONOD	T	
MARECHAL	T	Mathématiques générales	BENOIT	T	
SALEM	T		DE POSSEL	T	

CHARLOT	T	Chimie analytique	DAUDEL	T	Mécanique ondulatoire appliquée à la
HAISSINSKY	T	Radiochimie	Mlle FOURCROY	T	Chim. théor. et à la Phys. Nucl.
LEMEE	T	Physiologie Végétale B.M.P.V. (Orsay)	Mme CHOQUET-		Biologie Végétale (S.P.C.N.)
GUERIN	T	Chimie M.P.C. (Orsay)	BRUHAT	T	Mécanique Analytique et Méc. céleste
CHATELET M.	T	Chimie (P.C.B.)	Mlle VEIL	T	Physiologie Générale
JEAN	T	Physique Nucléaire (Orsay)	LWOFF	T	Microbiologie
MATTLER	T	Physique S.P.C.N.	SIESTRUNCK	T	Mécanique Phys. et Expérimentale
MICHEL L.	T	Phys. Théor. des Htes Energies (Orsay)	LACOMBE	T	Métallurgie des métaux Nucléaires
BERGERARD	T	Zoologie (Orsay)	BROCHARD	T	Physique P.C.B. (Orsay)
BERTEIN	T	Electronique (Orsay)	CABANNES	T	Mécanique générale
BOUSSIÈRES	T	Chimie des Radioéléments (Orsay)	LESIEUR	T	Mathématiques M.P.C. (Orsay)
Mme COUTURE	T	Thermodynamique et Méc. Physique	MAZET	T	Mécanique générale (Orsay)
ELLENBERGER	T	Géologie appliquée s. le terr.	CAIRE		Géographie phys. et Géol. Dynamique
FRANC	T	Biologie Animale (P.C.B.)	COMOLET	T	Mécanique des Fluides
SCHNELL	T	Botanique tropicale (Orsay)	CORABOEUF		Physiologie Animale
STOLKOWSKI	T	Physiologie générale	DELLOUE		Physique de l'exosphère
ACHER	T	Chimie Biologique (Orsay)	GORENFLOT		Botanique II (Orsay)
BAUDOIN	T	Biologie animale P.C.B.	HOUILLON		Biologie Animale P.C.B.
BEAUMONT	T	Biologie animale S.P.C.N.	JULLIEN J.		Chimie P.C.B.
BLAMONT	T	Géophysique Ionosphère	MALGRANGE	T	Technique Mathématique de la Physique
BOURREAU		Botanique	OLIVIER		Antropologie
CURRIE D.		Physique (M.G.P.)	NOZERAN	T	Botanique II (Orsay)
DURAND-DELGA		Géologie	BLANC-LAPIERRE		Physique E.N.S. (Orsay)
FREON	T	Chimie organique (Orsay)	CHEVAUGEON	T	Botanique (Orsay)
HELLER	T	Physiologie végétale	KAHANE	T	Mathématiques (Orsay)
TORTRAT	T	Calcul des Probabilités	SAMUEL	T	Mathématiques E.N.S. féminine
CAILLEUX		Géologie (S.P.C.N.)	KOURGANOFF	T	Astronomie (Orsay)
MAGNAN	T	Physique (S.P.C.N.)	THIRY	T	Mécanique céleste

Secrétaire Générale : R. POULAIN

LA SPECTROMÉTRIE DE MASSE

APPLIQUÉE A L'ÉTUDE

DE L'ÉTANCHEITÉ

AVANT-PROPOS

On a longtemps considéré en France que l'emploi du spectromètre de masse pour le contrôle de l'étanchéité était une méthode trop coûteuse pour l'utiliser d'une façon courante.

Cependant, sous l'impulsion de certaines industries — nucléaire et aéronautique en particulier — l'emploi du spectromètre détecteur se généralise.

N'existant pas en quantité appréciable dans l'air atmosphérique, l'hélium a d'abord été utilisé d'une façon universelle comme gaz traceur ; sa faible masse permet d'ailleurs d'employer un appareil de conception relativement simple.

Toutefois, le contrôle de très grands ensembles nécessite des volumes importants de ce gaz produit en très faible quantité dans notre pays : l'utilisation d'autres gaz traceurs est donc souhaitable dans certains cas.

En principe, n'importe quel gaz peut être employé comme fluide d'essai ; encore est-il nécessaire — entre autres conditions — d'avoir à sa disposition une cellule d'analyse dont le pouvoir séparateur et la sensibilité sont suffisants. Nous nous sommes donc proposés d'étudier et de construire un tel appareil qui, pour des raisons évidentes, doit être robuste et surtout d'encombrement réduit. Ensuite, nous nous sommes livrés à une étude comparative des résultats obtenus, en employant différents gaz traceurs.

CHAPITRE I

Généralités

Il nous paraît utile, au seuil de ce travail, de rappeler les différentes méthodes utilisées pour le contrôle de l'étanchéité par spectromètre de masse.

Le spectromètre utilisé à cette fin est d'abord un appareil capable de prélever, en tout ou en partie, le gaz provenant de la pièce dont on désire contrôler l'étanchéité. Il est ensuite construit de telle sorte qu'il n'émet un signal quelconque que lorsque ses organes ont détecté la présence d'un gaz déterminé dans le prélèvement. Ce gaz est appelé le « gaz témoin ».

Vérifier l'étanchéité d'une pièce revient donc à analyser en permanence le gaz provenant de cette pièce lorsque la surface de cette dernière est en présence ou non du gaz témoin. Pour créer le débit gazeux, à travers l'orifice parasite, il suffit de placer sous pression, ou sous dépression, l'intérieur de la pièce en test. L'air ambiant qui pénètre, ou qui sort, par l'orifice est remplacé au moment de la détection par le gaz témoin. Il en résulte un signal donné par le spectromètre, d'où l'indication de la présence d'une fuite.

Différents montages sont utilisés, suivant que l'on désire pratiquer un contrôle global ou une localisation précise.

LES MÉTHODES GLOBALES

a) Comme l'indique la figure 1, la pièce est placée sous dépression par rapport à la pression atmosphérique, à l'aide d'une pompe auxiliaire, et reliée par ailleurs au détecteur. Un sac contenant le gaz témoin enveloppe complètement la pièce.

S'il existe un orifice parasite, le gaz témoin pénètre à l'intérieur de la pièce, et le détecteur indique sa présence dans le prélèvement qu'il fait en permanence.

b) La figure 2 schématise le montage utilisé lorsque la pièce est remplie par le gaz témoin. Elle est plongée dans une cloche reliée au détecteur et dans laquelle une certaine dépression est réalisée. S'il y a des orifices parasites, le gaz témoin s'échappe de la pièce, pénètre dans la cloche, et le détecteur indique sa présence dans le prélèvement.

c) Citons pour mémoire (figure 3) la méthode dite de « ressuage » qui n'est utilisée que dans le cas bien particulier où la pièce dont on désire vérifier l'étanchéité ne présente aucune ouverture par laquelle on puisse connecter le détecteur. On procède alors en deux temps :

- 1) La pièce est d'abord plongée, pendant un temps déterminé, dans une cloche contenant le gaz témoin sous pression. Ce dernier pénètre donc dans la pièce s'il y a des orifices parasites.
- 2) La pièce est ensuite plongée dans une cloche placée sous dépression par rapport à la pression atmosphérique et reliée au détecteur. Le gaz témoin qui se trouve à l'intérieur de la pièce ressort par les orifices parasites, pénètre dans la cloche où sa présence est décelée.

LES MÉTHODES DE LOCALISATION

a) Le principe fondamental de la localisation précise des fuites (figure 4) consiste à remplacer l'air ambiant qui se trouve à proximité d'un orifice parasite,

MÉTHODES GLOBALES

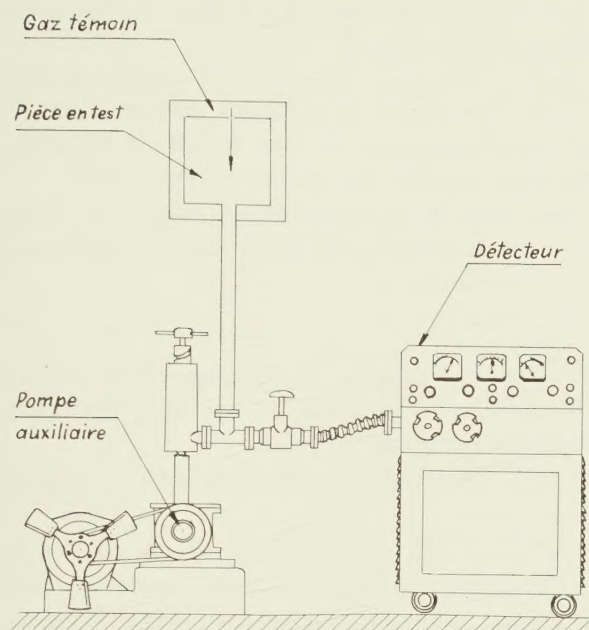


Fig. 1

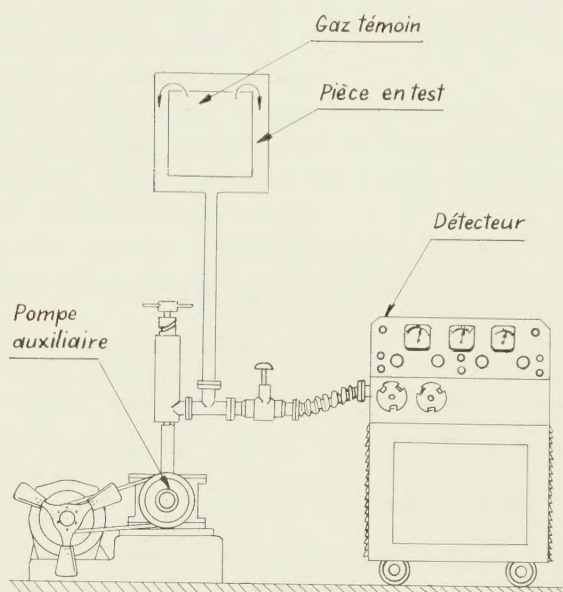


Fig. 2

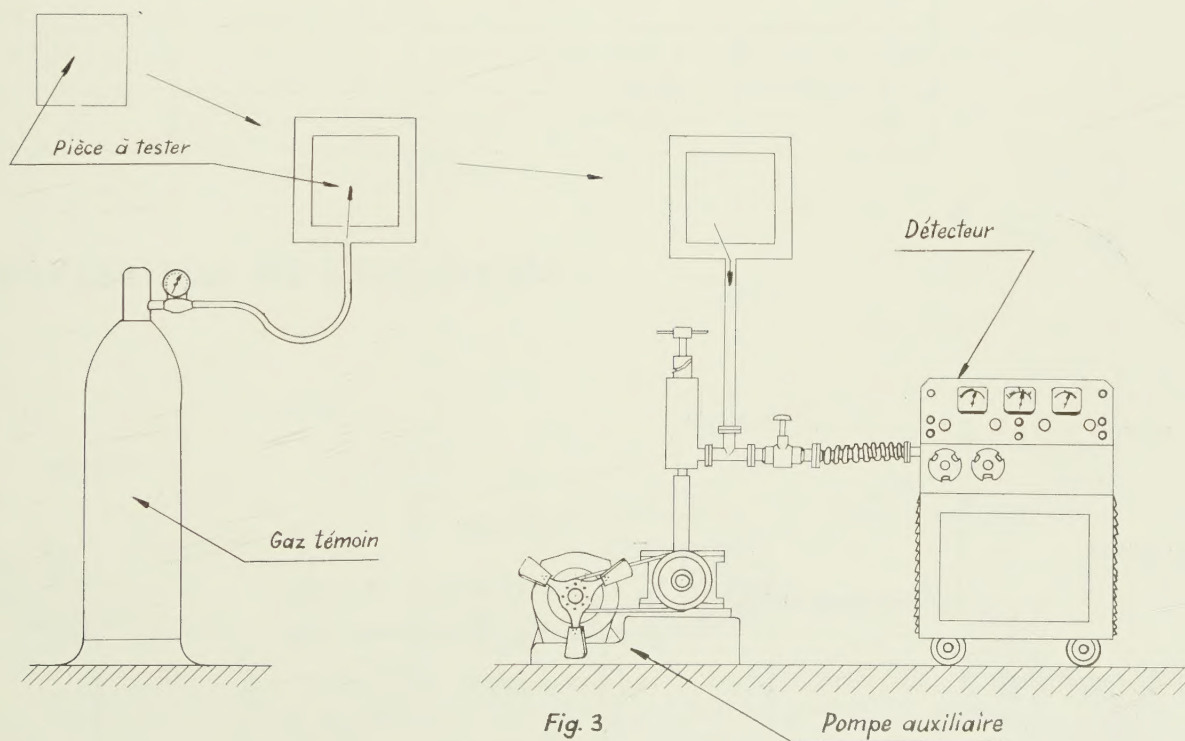


Fig. 3

par un mélange gazeux contenant le gaz témoin. Pour créer le mélange gazeux, l'opérateur arrose progressivement les parois de la pièce avec un jet très fin du gaz témoin sous pression. Il se produit alors un transport de ce dernier au travers du trou, lorsque le jet tombe dans son voisinage. Pour le reste, le processus demeure le même, la pièce étant placée sous dépression par rapport à la pression atmosphérique et reliée évidemment au détecteur.

b) Lorsqu'on ne peut pas placer la pièce sous dépression, on emploie la méthode dite « du renifleur » (figure 5). Le gaz témoin est introduit dans la pièce à une pression légèrement supérieure à la normale. Le « renifleur », relié au détecteur, est promené à la surface de la pièce où il aspire le gaz ambiant en permanence.

Lorsqu'il passe au-dessus d'un trou, il aspire en même temps que l'air une certaine quantité de gaz témoin dont la présence est décelée immédiatement par le détecteur.

UNITÉS

La détection, ou la localisation, s'accompagne généralement d'une estimation de la grandeur de la fuite. Cette grandeur s'exprimera par un débit équivalent de gaz à une pression et une température données.

Dans la suite de cet exposé, nous exprimerons les débits en $\text{cm}^3 \text{ s}^{-1}$ à la pression atmosphérique et à la température ambiante.

Le choix de cette unité est motivé par sa commodité et son usage courant. Le tableau ci-dessous donne l'équivalence des différentes unités employées dans ce domaine :

UNITES	$\text{atm. cm}^3 \text{ s}^{-1}$	$\text{barye cm}^3 \text{ s}^{-1}$	$\text{atm. mm}^3 \text{ h}^{-1}$	lusec
$\text{atm. cm}^3 \text{ s}^{-1}$	1	10^6	$3,6 \cdot 10^{-6}$	760
$\text{barye cm}^3 \text{ s}^{-1}$	10^{-6}	1	3,6	$7,5 \cdot 10^{-4}$
$\text{atm. mm}^3 \text{ h}^{-1}$	$2,7 \cdot 10^{-7}$	0,27	1	$2,11 \cdot 10^{-4}$
lusec	$1,3 \cdot 10^{-3}$	$1,3 \cdot 10^3$	$4 \cdot 10^3$	1

Figure 6

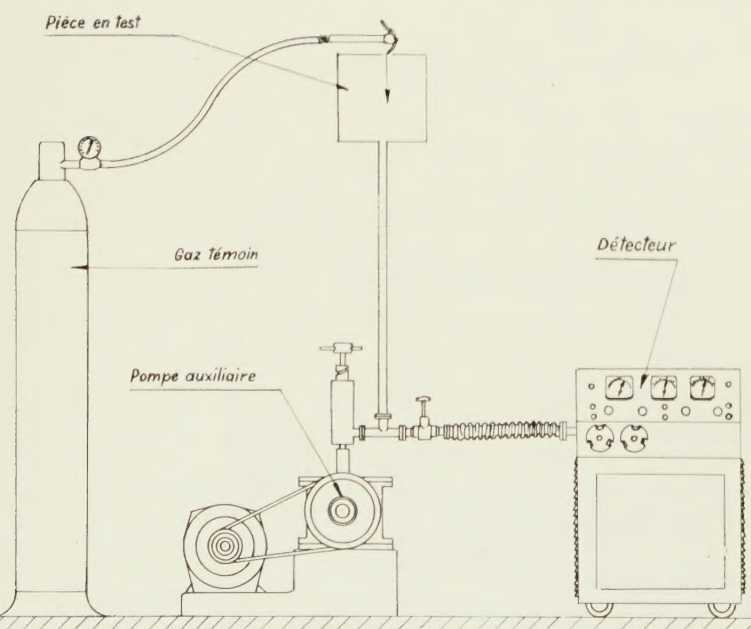


Figure 4

MÉTHODES DE LOCALISATION

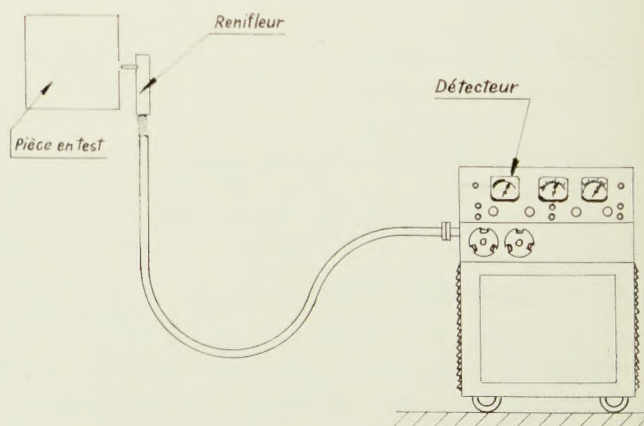


Figure 5

CHAPITRE II

Le choix du gaz témoin

En principe, l'emploi d'un appareil tel que le spectromètre de masse, permet d'utiliser n'importe quel gaz comme fluide d'essai. Cependant, certaines restrictions s'imposent immédiatement. En effet, pour convenir, le gaz témoin doit réunir les qualités suivantes :

- ne pas exister en quantité importante dans l'atmosphère ;
- ne pas figurer dans les produits de dégazage à l'intérieur de l'installation ;
- être ininflammable et non toxique ;
- pénétrer rapidement dans les trous éventuels.

Nous allons reprendre et étudier ces quatre points de façon à sélectionner les gaz qui peuvent le mieux convenir.

RESTRICTIONS DUES A LA COMPOSITION DE L'ATMOSPHERE

Nous avons vu que le principe fondamental de la localisation des fuites consistait à remplacer l'air ambiant qui pénètre dans les trous éventuels par le gaz témoin. Si donc, ce dernier existe déjà dans l'air atmosphérique, il devient difficile, sinon impossible, de procéder à une localisation. Il convient par conséquent d'éliminer dans notre sélection les gaz qui entrent en quantité appréciable dans la composition de l'air atmosphérique.

Comme le montre le tableau ci-après, les gaz qui conviennent sont limités aux gaz inertes, à l'hydrogène et au gaz carbonique.

Composition volumétrique de l'atmosphère d'après F. A. PANETH [1]	
N ₂	78,09 %
O ₂	20,95 %
A	0,93 %
CO ₂	0,03 %
<i>Traces :</i>	
Ne	1,8.10 ⁻³
He	5,3.10 ⁻⁴
Kr	1,5.10 ⁻⁴
H ₂	5.10 ⁻⁵
Xe	8.10 ⁻⁶
Rn	6.10 ⁻¹⁸

Fig. 7

RESTRICTIONS DUES A LA NATURE DES PRODUITS DE DÉGAZAGE

Pour des raisons identiques à celles énoncées dans le paragraphe précédent, le gaz témoin ne doit pas figurer dans les produits de dégazage.

Nous avons procédé par ailleurs [2] à l'analyse des gaz résiduels subsistant aux basses pressions dans une installation classique. Cette dernière était composée d'une

pompe à palettes, d'une pompe à diffusion d'huile, d'un baffle optiquement opaque et refroidi à -30°C . L'étanchéité entre les différentes pièces était assurée par des joints en perbunan. Notons que l'on retrouvera tous ces éléments dans le groupe de pompage du spectromètre de masse détecteur de fuites.

Lorsqu'on arrive à la pression limite, on ne note plus en quantité appréciable que la présence de vapeur d'eau, de gaz carbonique et d'azote.

La figure 8 montre le spectre obtenu après quelques heures de pompage.

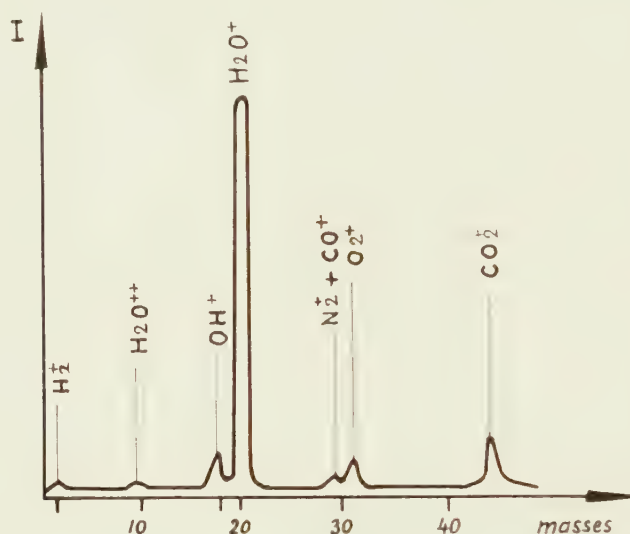


Figure 8

ÉCOULEMENT DES GAZ DANS LES TUBES CAPILLAIRES

D'après ce qui précède, seuls l'hydrogène, l'hélium, le néon et l'argon, peuvent convenir comme gaz témoin dans une détection. Nous avons éliminé le gaz carbonique parce que, d'une part il est contenu dans les produits de dégazage, et d'autre part, il est toxique.

Pour avoir une idée de l'écoulement des gaz à travers une fuite, nous allons assimiler cette dernière à un capillaire fin. Les résultats trouvés ne devront être considérés que comme des ordres de grandeur, la géométrie des fuites réelles étant probablement très loin de pouvoir être assimilée à un capillaire.

Nous savons que l'écoulement des gaz dans une canalisation est régi par l'équation de Knudsen :

$$t = \frac{\pi D^4}{128 \eta l} p = \frac{1}{6} \sqrt{\frac{2\pi RT}{M}} \frac{D^3}{l} \left(1 + \sqrt{\frac{M}{RT}} \frac{D}{r} \right) p \quad (1)$$

Cette formule n'est valable qu'en l'absence de régimes turbulents. On admet, d'autre part, que la différence de pression entre les extrémités n'est pas suffisamment grande pour que le régime du flux gazeux soit modifié dans la canalisation considérée.

Or, dans le cas d'une fuite, la différence de pression Δp est importante. Nous allons donc considérer une variation infinitésimale dp de la pression dans un segment de tube.

L'équation (1) s'écrit :

$$f = \frac{1}{l} \left[\alpha p + \beta \left(\frac{1 + \gamma p}{1 + \delta p} \right) \right]$$

Si l'on pose :

$$\alpha = \frac{\pi D^4}{128 \tau_i} ; \beta = \frac{D^3}{6} \sqrt{\frac{2 \pi RT}{M}}$$

$$\gamma = \sqrt{\frac{M}{RT}} \frac{D}{\tau_i} ; \delta = 1,24 \sqrt{\frac{M}{RT}} \frac{D}{\tau_i}$$

On aura :

$$Q = \int_{p^0}^H f \cdot dp$$

Soit L la longueur totale de la fuite

$$Q = \frac{1}{L} \int_{p^0}^H \left[\alpha p + \beta \left(\frac{1 + \gamma p}{1 + \delta p} \right) \right] dp$$

$$Q = \frac{1}{L} \left[\int_{p^0}^H \alpha p \cdot dp + \int_{p^0}^H \frac{\beta + \beta \gamma p}{1 + \delta p} \cdot dp \right] \quad (2)$$

dont la solution est :

$$Q = \frac{1}{L} \left[\frac{\alpha p^2}{2} + \frac{\beta \gamma p}{\delta} + \frac{\beta (\delta - \gamma)}{\delta^2} \text{Log} (1 + \delta p) \right] \Bigg|_{p^0}^H \quad (3)$$

Or, on a : $P_0 \ll H$.

Il vient donc

$$Q.L. = \left[\frac{\pi}{128} \cdot \frac{D^4}{\tau_i} \cdot \frac{H^2}{2} + \frac{1}{6} \frac{D^3}{\tau_i} \sqrt{\frac{2 \pi RT}{M}} \left(\frac{0,24}{(1,24)^2} \frac{RT}{M} \text{Log} \left(1 + 1,24 \sqrt{\frac{M}{RT}} \frac{DH}{\tau_i} \right) + \frac{1}{6} \sqrt{\frac{2 \pi RT}{M}} D^3 H \frac{1}{1,24} \right) \right] \quad (4)$$

Dans cette formule, on a :

D en cm.

L en cm.

T en degrés K.

H en baryes.

τ_i en poises.

M en g.

avec $R = 8,31 \cdot 10^7$

Pratiquement, l'équation (4) s'écrit :

$$Q.L. = 1.226 \cdot 10^{10} \frac{D^4}{\tau_i} \frac{H^2}{M} + \frac{1}{6} \cdot 3,7 \cdot 10^9 D^3 \log (1 + 7,96 \sqrt{\frac{D}{\tau_i}} \frac{DH}{M}) + 5,3 \cdot 10^{10} \frac{D^3}{\tau_i} \frac{H}{M}$$

APPLICATION PRATIQUE

a) Influence du régime

Le tableau ci-après (fig. 9) exprime les différentes valeurs du coefficient de viscosité τ_i pour les gaz qui nous intéressent.

Valeur du coefficient de viscosité à $T = 15^{\circ} \text{ C}$ (C.G.S.)	
Hydrogène	$87 \cdot 10^{-6}$
Hélium	$194 \cdot 10^{-6}$
Néon	$310 \cdot 10^{-6}$
Argon	$220 \cdot 10^{-6}$
Air	$180 \cdot 10^{-6}$

Figure 9

Les courbes (fig. 10) illustrent la variation de η en fonction de la température pour ces mêmes gaz.

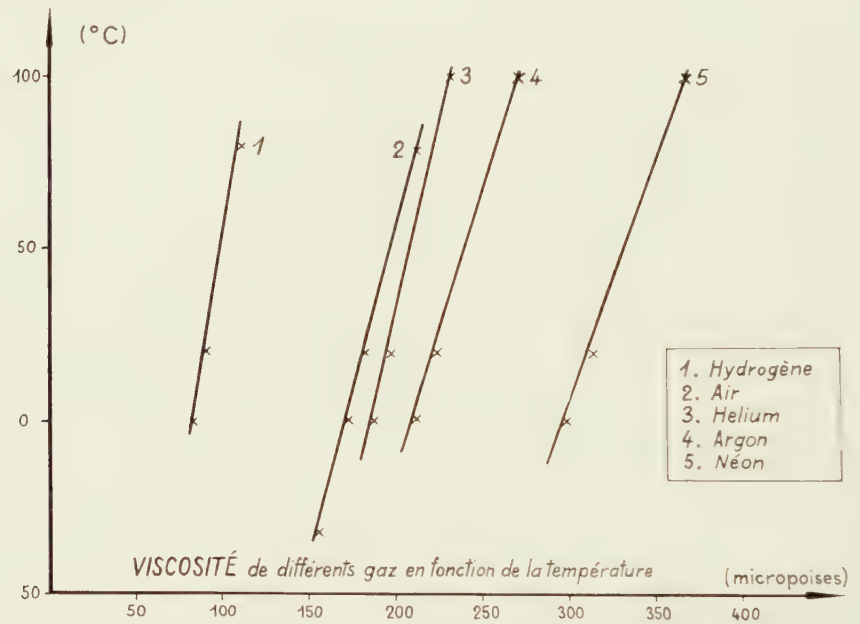


Figure 10

Il est bon de remarquer que la courbe obtenue pour l'hélium est très proche de celle de l'air. On peut donc s'attendre à ce que le débit d'hélium en REGIME VISQUEUX soit voisin de celui de l'air dans des conditions identiques.

En REGIME MOLECULAIRE, nous pouvons prévoir que les débits vont s'établir en fonction de $1/\sqrt{M}$ et que les différents rapports de débit

$$Q_{\text{gaz}}/Q_{\text{air}} \text{ seront fonction de } \frac{\sqrt{M_{\text{air}}}}{\sqrt{M_{\text{gaz}}}}$$

Le tableau suivant (fig. 11) exprime les différents rapports :

	H ₂	He	Ne	A
$\frac{\sqrt{M_{\text{air}}}}{\sqrt{M_{\text{gaz}}}}$	3.79	2.68	1.15	0.85

Figure 11

b) Influence du diamètre du capillaire

Chiffrons maintenant la valeur du débit gazeux dans un capillaire de 1 cm de long pour différents diamètres et différents gaz.

L'application numérique de l'équation (4) nous permet d'établir le tableau suivant :

$\frac{D \text{ (cm)}}{Q \text{ (cm}^3\text{/sec)}}$	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}
Air	$0,998 \cdot 10^{-8}$	$0,996 \cdot 10^{-5}$	$0,993 \cdot 10^{-2}$	9,92
Hydrogène ...	$4,17 \cdot 10^{-8}$	$4,04 \cdot 10^{-5}$	$3,84 \cdot 10^{-2}$	37,67
Hélium	$2,79 \cdot 10^{-8}$	$2,72 \cdot 10^{-5}$	$2,69 \cdot 10^{-2}$	26,58
Néon	$1,19 \cdot 10^{-8}$	$1,19 \cdot 10^{-5}$	$1,18 \cdot 10^{-2}$	11,85
Argon	$0,851 \cdot 10^{-8}$	$0,849 \cdot 10^{-5}$	$0,847 \cdot 10^{-2}$	8,47

Figure 12

c) Rapport Q gaz/Q air

Il nous paraît utile de comparer les débits de chacun des gaz à celui de l'air, c'est-à-dire d'effectuer le rapport Q gaz/Q air.

Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau figure 13.

D (cm)	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}
Q H ₂ /Q air ..	4,17	4,06	3,87	3,80
Q He/Q air ..	2,79	2,73	2,71	2,68
Q Ne/Q air ..	1,2	1,2	1,19	1,19
Q A/Q air ..	0,85	0,85	0,85	0,85

Figure 13

REMARQUES

Avant de poursuivre, nous pouvons faire les remarques suivantes

- 1) Dans l'expression (4), pour les diamètres de capillaire qui nous intéressent, seul le troisième terme est important. Le débit Q est seulement contrôlé par le facteur $1/\sqrt{M}$, si bien que les rapports Q gaz/Q air trouvés sont, à très peu près, voisins des rapports

$$\sqrt{\frac{M_{\text{air}}}{M_{\text{gaz}}}} \quad (\text{tableau fig. 11}).$$

- 2) Connaissant les différents débits, nous pouvons maintenant vérifier la légitimité de notre hypothèse : $Po \ll H$ intervenant après l'intégration de l'équation (2).

GUTHRIE et LOEVINGER ont déterminé une formule qui, exprimée dans le système C.G.S., s'écrit :

$$Po = 3,7 \cdot 10^{-5} \frac{Q}{D^2}$$

Expression dans laquelle on a :

Po en baryes, Q en cm³/sec, D en cm.

Le tableau figure 14 donne pour l'air, les différentes valeurs de Po en fonction du diamètre du capillaire.

D (cm)	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}
(barye)	0,36	3,6	36	360

Figure 14

Nous voyons que dans les conditions les plus défavorables — c'est-à-dire pour $D = 10^{-3}$ cm — Po reste environ deux mille fois plus petit que H. Notre hypothèse est donc parfaitement valable.

d) Classification relative des différents gaz

Pour un diamètre de 10^{-6} cm et une longueur de 1 cm par exemple, calculons le nombre n de molécules de gaz qui passe par seconde dans le capillaire.

On a :

$$n = \frac{N \cdot Q}{22.400 H}$$

expression dans laquelle :

N est le nombre d'AVOGADRO
et Q le débit en cm³/sec à la pression atmosphérique.

Le tableau suivant donne les différentes valeurs de n pour les gaz utilisés.

Air	26.10 ⁷
Hydrogène	11.10 ⁸
Hélium	7.10 ⁸
Néon	32.10 ⁷
Argon	23.10 ⁷

Figure 15

Le nombre de molécules indiqué ne nous permet cependant pas de classer les différents gaz au point de vue sensibilité.

En effet, pour ce faire, il nous faudrait connaître le rendement de la source d'ions que nous nous proposons d'employer dans notre spectromètre.

En l'absence de cette donnée, il est possible de faire intervenir un coefficient K tiré de sensibilités relatives R de la jauge à ionisation. Pour différents gaz, des mesures de R ont été effectuées (tableau figure 16).

Reference	1()	2()	3()	4 ()	5 ()	6 ()	7 ()	8 ()	9 ()
Azote	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Hydrogène	—	—	0,46	0,38	0,38	0,52	0,42	0,51	0,23
Air sec	—	—	—	—	0,81	—	—	—	—
Hélium	0,14	0,18	0,16	0,15	0,25	—	—	—	0,21
Néon	0,2	0,35	0,24	0,23	—	—	—	—	0,5
Argon	1,55	1,4	1,19	1,11	1,06	—	—	—	1,2

Figure 16

Valeur de R pour différents gaz d'après J.-H. LECK :

(a) tension d'accélération électronique = 125 V

(b) tension d'accélération électronique = 250 V

On remarquera que l'accord est relativement bon entre les différents auteurs DUSHMAN et YOUNG ont fait remarquer que les différences trouvées ne peuvent être attribuées en totalité aux erreurs expérimentales.

On notera aussi que certaines différences sont presque du même ordre de grandeur que les différences de sensibilité absolue.

Nous avons donc fait, pour chacun des gaz, une moyenne des valeurs de R, l'air sec étant pris comme gaz de référence. Le tableau figure 17 donne la valeur de ces moyennes.

Ces coefficients permettent de déterminer le nombre probable d'ions formés à partir du nombre de molécules passant par unité de temps dans notre capillaire de 1 cm de long et de 10⁻⁶ cm de diamètre.

GAZ	R (moy.)
Air sec	1
Hydrogène	0,32
Hélium	0,14
Néon	0,24
Argon	1,04

Figure 17

GAZ	n (ion.) $\times 10^7$
Hydrogène	35
Argon	24
Hélium	10
Néon	—

Figure 18

CONCLUSION

Compte tenu de ce qui précède, il est évident qu'on ne peut procéder à une classification. Il est seulement possible d'avancer que l'hydrogène et l'argon seront au point de vue sensibilité pure, les gaz les plus intéressants.

Le problème économique

Le contrôle de l'étanchéité pose en deux points un problème économique non négligeable.

Il s'agit, d'une part, d'utiliser pour les détections des gaz susceptibles d'être trouvés facilement et en quantité suffisante sur le marché ; d'autre part, toutes choses égales par ailleurs, le choix doit s'orienter vers le gaz témoin le moins onéreux.

GAZ DISPONIBLES

a) Le problème de l'approvisionnement en Hélium

L'approvisionnement en hélium est en soi un problème particulier. En effet, en France, ce gaz n'est pas produit industriellement en quantité suffisante. D'un autre côté, l'Energie Atomique, Les Basses Températures, la Chromatographie gazeuse — sans parler de la détection des fuites — ont des besoins qui augmentent d'une façon continue.

L'hélium que nous trouvons sur le marché — à l'exception de l'hélium spectrographiquement pur — provient des Etats-Unis où il est extrait des gaz naturels de certaines régions du Sud-Ouest.

Les principaux utilisateurs de l'hélium sont des organismes d'Etat parmi lesquels nous trouvons l'U.S. Navy, l'Energie Atomique, l'Air Force, la Météorologie, etc., en tout 73,5 % de la consommation totale.

Toujours aux Etats-Unis, la production de l'hélium est entièrement subordonnée au Bureau des Mines. En 1951, la production était de 3.172.000 m³ ; en 1956, elle était de 6.850.000 m³. Or, au printemps de cette même année, la pénurie de ce gaz s'est fait sentir [3].

La demande en hélium va grandissante au point qu'une étude d'ensemble du Bureau des Mines a permis de préciser que « l'hélium est plus nécessaire à l'Industrie et à la Défense Nationale qu'on ne le supposait ».

Un rapport récent [4] fait le point au sujet de l'expansion de la production de ce gaz. Un nouveau centre d'extraction doit être installé aux Texas — coût de l'opération : 15 à 20 millions de dollars.

Les projets devaient aboutir vers 1961. de façon à subvenir aux besoins aigus de la recherche en matière de fusées et autres programmes militaires avancés. Ce plan doit pousser la production à environ 18.000.000 m³.

b) Les autres gaz

— L'ARGON : Ce gaz est le plus abondant des gaz inertes de l'air. Son point d'ébullition est proche de celui de l'oxygène, si bien que dans la colonne de distillation des mélanges ternaires, il existe un point où l'argon se trouve à une concentration acceptable. Le mélange prélevé, riche en oxygène, est ensuite soumis à une purification chimique. Après séchage, il est comprimé dans des tubes commerciaux sous une pression de 150 atm.

L'argon ainsi préparé est obtenu à 99,9 % de pureté. Il renferme moins de 0,08 % d'azote et moins de 0,01 % d'autres impuretés (hydrogène, oxygène et vapeur d'eau).

— LE NEON : Le néon se concentre en même temps que l'hélium, avec l'azote, dans la distillation de l'air liquide. Les proportions sont faibles : pour 100 litres d'air, il y a seulement 20 cm³ du mélange Ne + He.

— L'HYDROGENE : L'hydrogène est un gaz qui ne se rencontre qu'exceptionnellement dans la nature à l'état libre. A l'état combiné, l'hydrogène constitue le neuvième du poids de l'eau.

Dans l'industrie, l'hydrogène est obtenu par différents procédés. Les deux plus importants utilisent comme point de départ, l'un le gaz à l'eau, l'autre les hydrocarbures paraffiniques (méthane du gaz naturel, méthane et propane des gaz de pétrole).

c) Les mélanges

Différents mélanges de gaz sont également offerts sur le marché français. Deux d'entre eux sont particulièrement intéressants pour être utilisés dans le contrôle de l'étanchéité : l'Hemixal, mélange à 20 % d'hélium et l'Henogal, dont la composition présente 35 % d'hélium et 65 % de néon.

ÉTUDE COMPARATIVE DES PRIX

Les gaz sont vendus sous pression, soit en bouteilles métalliques de petite capacité (10 à 100 litres), soit en bouteilles industrielles contenant de 3 à 5 m³.

a) Bouteilles de petite capacité

GAZ	Pureté (en %)	Prix du litre (en NF)
Hydrogène	99,99	3,90
Hélium	99,995	10,10
Hélium	99,99	0,34
Argon	99,998	5,40
Néon	99,95	6,50

Figure 19

b) Bouteilles de grande capacité

GAZ	Pureté (en %)	Prix du m ³ (en NF)
Hydrogène	99,99	20,00
Hélium	99,99	179,20
Argon « Nertal »	99,99	19,30
Argon « T »	99,99	21,20
Hélium (Hémixal)	20	84,00
Hélium (Hénogal)	35	117,60
Néon (Hénogal)	65	117,60

Figure 20

Le spectromètre détecteur

GÉNÉRALITÉS

Un spectromètre de masse comprend : une source, une cellule d'analyse et un collecteur.

Dans la source, les molécules gazeuses sont ionisées — généralement par bombardement électronique.

La cellule comprend deux parties :

- dans la première, les ions sont accélérés sous l'action d'un champ électrostatique et acquièrent ainsi des vitesses qui dépendent de leurs masses ;
- dans la seconde, les ions sont séparés par l'application d'un champ magnétique qui exerce sur eux une force dépendant de leurs vitesses.

Les ions viennent enfin frapper le collecteur. Ce dernier est relié à un appareil de mesures qui indique l'intensité du courant ionique capté.

Deux qualités principales sont demandées à un spectromètre détecteur de fuites :

a) La sensibilité

Il s'agit de créer le maximum d'ions à partir des molécules neutres du gaz et d'en perdre le moins possible pendant leur transit jusqu'au collecteur. Nous verrons que l'amplification du courant capté par le collecteur joue également un rôle fondamental.

b) Un pouvoir séparateur

suffisant, c'est-à-dire un faisceau d'ions du gaz témoin entièrement séparé des faisceaux de tous les autres gaz ionisés.

Si cette condition n'est pas réalisée, les indications du spectromètre sont difficilement interprétables. En effet, pour mettre nettement en évidence la présence du gaz témoin, il convient de balayer lentement la tension d'accélération ionique.

Dans le cas d'une mauvaise séparation, le pic caractéristique du gaz témoin apparaît comme une bosse sur une pente (*figure 21*).

Énumérons les ions éventuellement gênants dans une source pour différents gaz témoins.

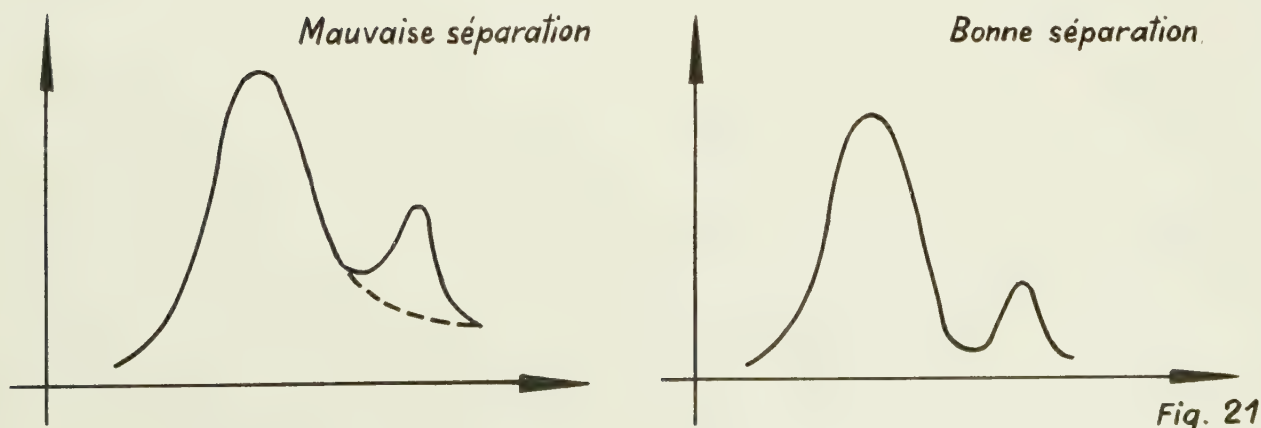


Fig. 21

CAS DE L'HÉLIUM

	M	q	M/q
H ₁	1	1	1
H ₂	2	1	2
H ₂	2	2	1
H ₃	3	1	3
H ₃	3	2	1,5
He	4	1	4
He	4	2	2
C	12	1	12
C	12	2	6
N	14	1	14
N	14	2	7

Figure 22

Le pouvoir séparateur n'a pas besoin d'être très grand. Seuls les ions de quelques corps légers sont à écarter du collecteur.

Nous devons séparer des particules électrisées dont les rapports M/q sont 3,4 et 6.

CAS DU NÉON

	M	q	M/q
HO	17	1	17
H ₂ O	18	1	18
H ₂ O	18	2	9
Ne	20	1	20
Ne	20	2	10
C ₂	24	1	12
N ₂	28	1	28
N ₂	28	2	14

Figure 23

Dans le cas du néon, nous aurons donc à séparer des particules électrisées dont les rapports M/q sont : 18, 20, 24.

CAS DE L'ARGON

	M	q	M/q
O	32	1	32
A	40	1	40
CO	44	1	44

Figure 24

Dans le cas de l'argon, nous aurons à séparer des particules électrisées dont les rapports M/q sont : 32, 40 et 44.

NOTA : Dans le résiduel d'une installation placée sous vide, la présence de la vapeur d'eau et du gaz carbonique est prédominante. Nous voyons donc que lorsqu'on désire employer le néon ou l'argon comme gaz témoin, il faut un pouvoir séparateur plus grand que dans le cas où on emploie l'hélium.

AVANT-PROJET DE SPECTROMÈTRE

Un spectromètre détecteur de fuites doit être robuste, simple et son encombrement le plus réduit possible. Pour ces raisons, les rayons de courbure à adopter doivent être de quelques centimètres et les tensions d'accélération de quelques centaines de volts.

Les valeurs du champ magnétique à créer se calculent aisément.

Considérons une particule de masse M et de charge q animée d'une vitesse v . Dans un champ magnétique $\mathcal{H}$, le rayon de courbure de sa trajectoire est donné par la relation :

$$r = \frac{M}{q} \cdot \frac{v}{\mathcal{H}} \quad (1)$$

Si nous supposons nulle la vitesse initiale de la particule, la vitesse qui lui a été communiquée par la tension d'accélération est telle que :

$$\frac{1}{2} Mv^2 = qV \quad (2)$$

De ces deux relations, on tire l'expression :

$$\mathcal{H} = \sqrt{\frac{2V}{r^2} \cdot \frac{M}{q}}$$

Nous nous sommes fixés :

$$\begin{aligned} r &= 6 \text{ cm} \\ V &= 600 \text{ Volts.} \end{aligned}$$

Dans ces conditions, proposons-nous de calculer les valeurs du champ magnétique nécessaire, pour les trois gaz traceurs considérés. Nous définirons ensuite graphiquement dans chaque cas, la séparation des faisceaux pour une déviation de 180°

Nous obtenons :

pour l'hélium : $\mathcal{H} = 1179$ Oersted
pour le néon : $\mathcal{H} = 2627$ Oersted
pour l'argon : $\mathcal{H} = 3725$ Oersted

Les figures 26, 27 et 28 illustrent les valeurs ci-dessous.

Calculons les rayons de courbure dans chaque cas :

HELIUM		NEON		ARGON	
M/q	r (cm)	M/q	r (cm)	M/q	r (cm)
3	5,2	18	5,69	32	5,36
4	6	20	6	40	6
6	7,35	24	6,55	44	6,3

Figure 25

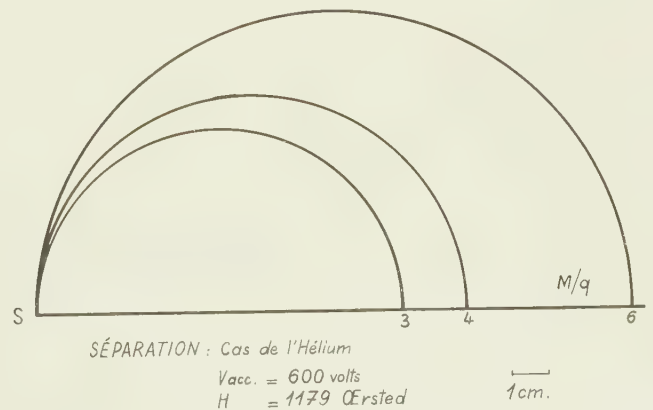


Figure 26

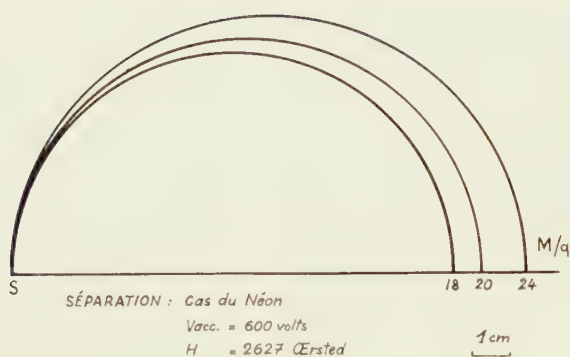


Figure 27

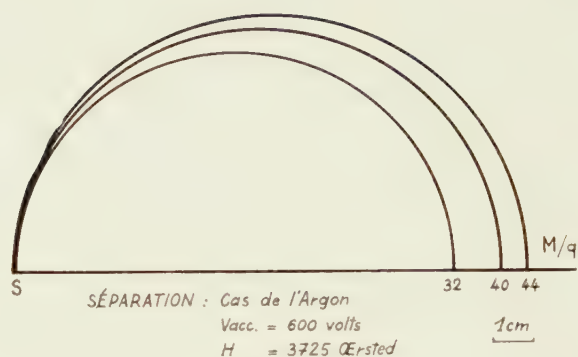


Figure 28

OPTIQUE DU FAISCEAU

Dans ce qui suit, nous allons supposer que l'action des chocs entre les ions et les molécules neutres du gaz est négligeable. Cette condition nécessite une pression suffisamment faible dans la cellule.

Des études mathématiques très précises du comportement des particules chargées soumises à l'action d'un champ magnétique ont été effectuées par BARRER, CARTON, HERZOG, etc...

Considérons un faisceau d'ions monochromatique, divergent, issu d'un point S. Il est contenu dans un plan perpendiculaire aux lignes de force et sa trajectoire moyenne est normale à la frontière d'entrée du champ magnétique. Sous l'action de celui-ci, il converge (aux termes du second ordre près) en un point F, tel que ce dernier se trouve à l'intersection du rayon de courbure moyen et d'une ligne droite passant par S. et O. (O. étant le centre de courbure moyen dans le champ magnétique (*figure 29*).

Cette remarque va nous permettre de réaliser un spectromètre extrêmement simple pouvant fonctionner dans des conditions peu critiques, compte tenu de la correction de l'aberration angulaire.

Correction de l'aberration angulaire

L'aberration angulaire des spectromètres de masse est un phénomène bien connu [5]. Ce défaut peut être corrigé en profilant de façon adéquate les frontières du champ magnétique.

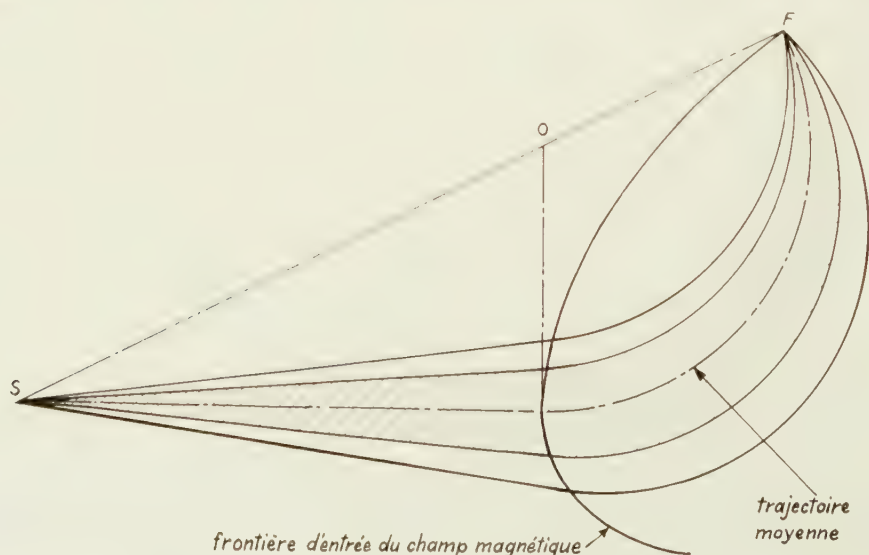


Figure 29

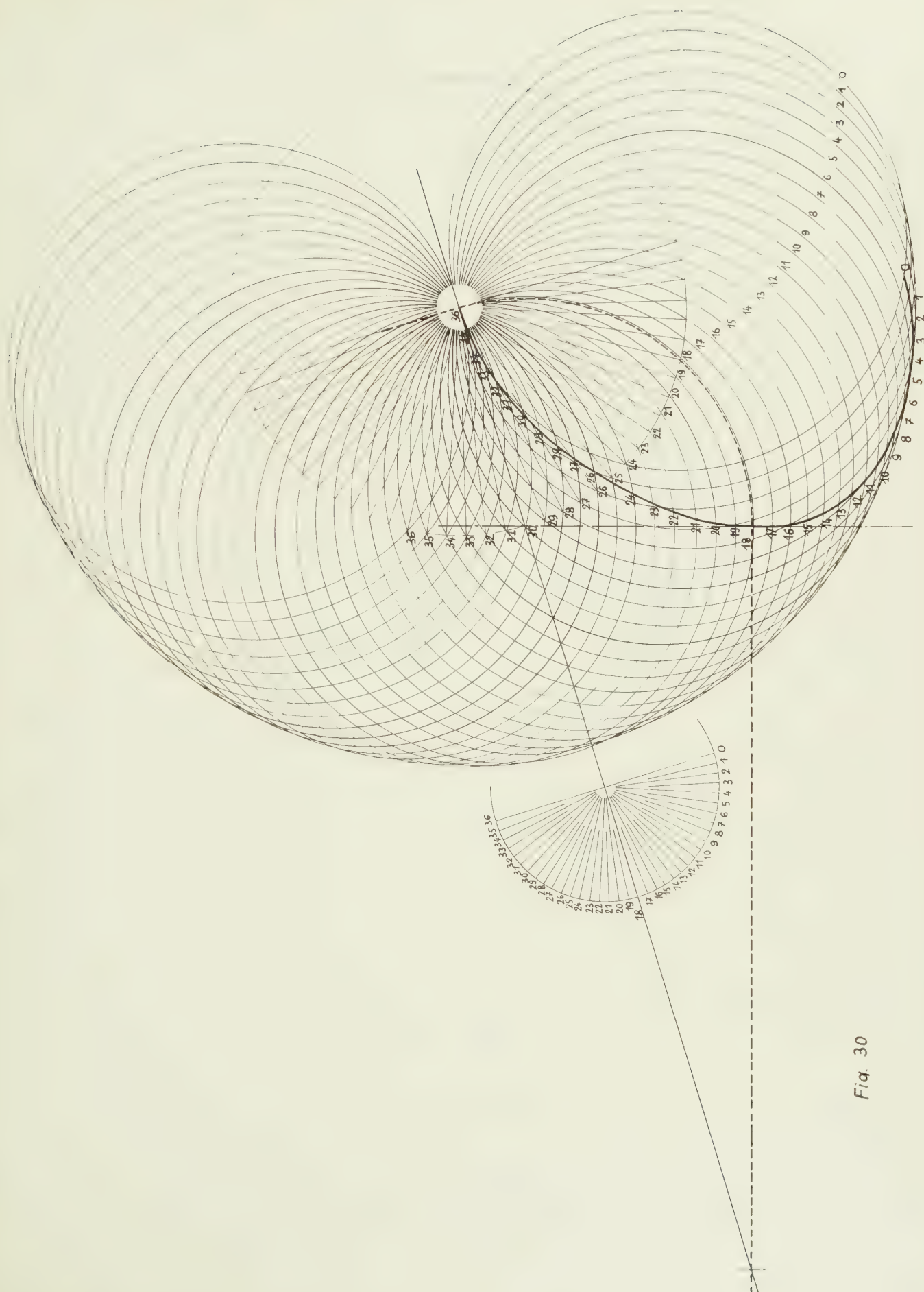


Fig. 30

Soit une source S. ayant une caustique d'aberration et un point F. situé dans le champ magnétique à l'endroit du collecteur.

Proposons-nous de définir la frontière d'entrée du champ magnétique, de façon à ce que tous les rayons d'un faisceau issu de S. convergent vers le point F.

Nous savons que dans le champ magnétique les trajectoires des particules chargées sont des cercles ayant un même rayon. Sur la figure 30 une telle famille est représentée.

La solution du problème est immédiate : la frontière d'entrée idéale du champ magnétique est le lieu des points de tangence aux cercles, des demi-droites issues de S.

Notons que la frontière réelle du champ n'est pas confondue avec la frontière idéale et que la détermination de la caustique d'une source est une opération très délicate. C'est pourquoi certains auteurs [6] ont proposé une méthode empirique qui simplifie les opérations pratiques de mise au point.

Les avantages que l'on peut retirer de cette correction sont de différents ordres. Pour nous, le plus intéressant réside dans le fait qu'on peut utiliser une source très ouverte qui sera moins sujette aux phénomènes parasites de discrimination de masse et d'énergie dus aux diaphragmes.

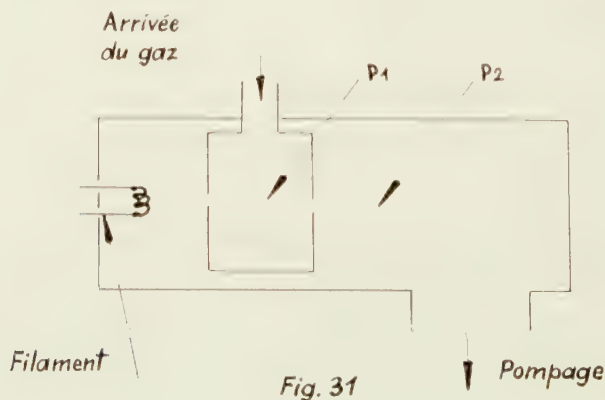
LA SOURCE D'IONS

La sensibilité du détecteur est liée d'une façon très intime au rendement ionique de la source. On définira ce rendement comme étant le rapport du nombre d'ions sortant de la source au nombre des molécules gazeuses qui y entre :

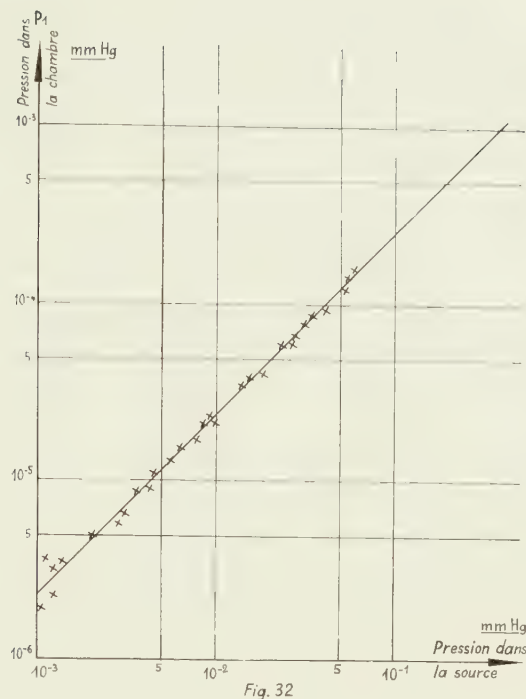
$$R = \frac{n \text{ (ions)}}{n \text{ (molécules)}}$$

L'ionisation du gaz est obtenue par bombardement électronique : pour une émission électronique constante, le nombre d'ions formés augmentera avec la pression résidant dans la source.

Or, nous avons noté plus haut que la pression dans la cellule devait être la plus basse possible. Nous sommes donc amenés à maintenir un gradient de pression relativement important entre la source et la cellule. Pour ce faire, nous avons adopté le montage schématisé figure 31.



Les molécules du gaz sont ionisées dans une sorte de petite boîte percée d'un trou. La vitesse de pompage est donc nettement freinée dans la source, et de ce fait, la pression p_1 est supérieure à la pression p_2 (figure 32).



DESCRIPTION DE L'ENSEMBLE SOURCE ET CELLULE

La figure 33 montre la disposition des différents éléments.

Le gaz à analyser, après avoir traversé la canalisation, arrive au potentiel de la terre, par l'intermédiaire d'un tube en téflon, dans la source portée à + 600 Volts. Les conditions imposées par la loi de PASCHEN sont respectées pour éviter à toute pression une décharge électrique dans le tube en téflon.

Le gaz s'échappe de la source par deux trous concentriques de faible diamètre qui maintiennent un gradient de pression élevé entre l'intérieur et l'extérieur de l'électrode. On peut ainsi créer à haute pression l'ionisation du gaz à l'intérieur de l'électrode sans perturber le transport des ions vers le collecteur.

Le faisceau d'électrons est produit par un filament porté à l'incandescence. Ce faisceau est accéléré (150 V entre le filament et la source), et focalisé par le champ magnétique créé par une bobine ; ce faisceau traverse la source de part en part, ionise la lame de gaz comprise entre les deux trous, et après rebroussement va se perdre sur les parois de l'électrode.

Les ions ainsi produits, sont entraînés hors de l'électrode par la force d'attraction électrostatique due au champ électrique accélérateur qui règne entre la source et l'électrode accélératrice.

Ayant acquis une énergie de 600 eV, les ions sont soumis à l'action du champ magnétique. Les ions du gaz traceur décrivent une portion de cercle dont le rayon moyen est de 6 cm. et viennent tomber sur le collecteur. Les ions des autres gaz vont se perdre sur le fond de la cellule.

TECHNOLOGIE

1° Le filament

Les spectromètres de masse utilisant des filaments de tungstène présentent, phénomène bien connu, une sensibilité qui dépend de la nature du gaz.

L'effet a été attribué à une perturbation des différents plans cristallographiques ce qui, en définitive, modifierait les caractéristiques d'émission.

ENSEMBLE SOURCE CELLULE

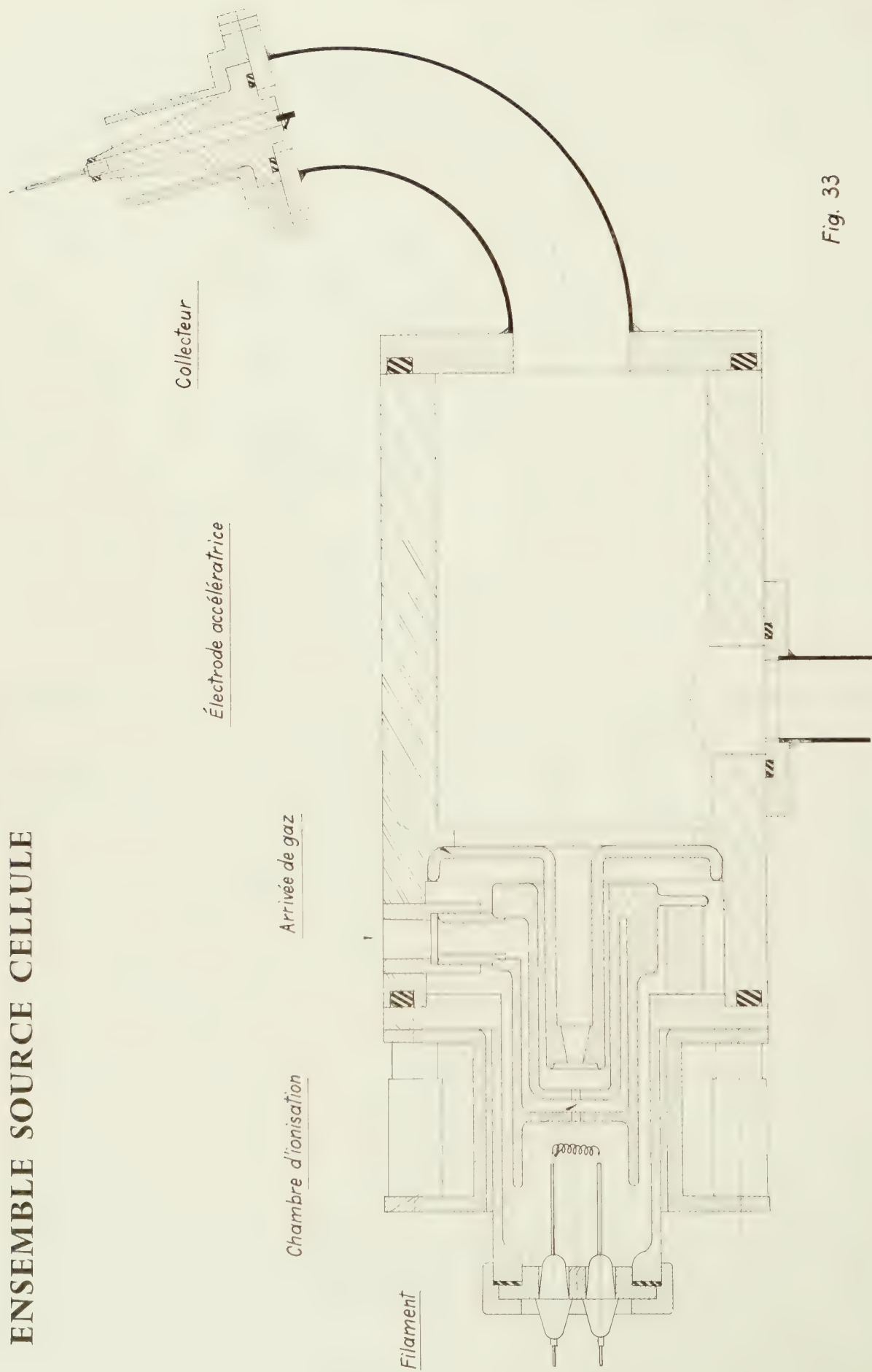


Fig. 33

Quoi qu'il en soit, il se forme sur les électrodes un dépôt isolant W_2O_5 qui perturbe le fonctionnement du spectromètre. Les variations de la densité électronique peuvent être dues à la transformation réversible de W_2O_5 en W_4O_{11} oxyde de tungstène, beaucoup moins isolant, suivant que les conditions sont oxydantes ou réductrices.

Pour obvier à ces inconvénients, C. F. ROBINSON préconise l'emploi d'un filament de rhénium.

Par rapport au tungstène, le rhénium présente les avantages suivants :

Il n'est pas cassant après chauffage à haute température. Il se soude bien. Il est beaucoup moins sensible à la vapeur d'eau et aux rentrées d'air. Cependant, il faut signaler que pour une même densité d'émission, le rhénium a une vitesse d'évaporation 150 fois plus forte que celle du tungstène; la durée de vie d'un filament de rhénium est cependant acceptable.

La durée de vie d'un filament émissif quel qu'il soit, dépend également de la pression et de la nature du gaz dans lequel il est chauffé.

La disposition de notre source permet de toujours maintenir le filament à une pression très faible. D'autre part, il n'est pas exposé directement à l'arrivée de gaz — ce qui évite, dans une certaine mesure, sa contamination.

2° La cellule

La chambre spectrométrique est réalisée en aluminium.

Les électrodes s'engagent dans le bloc et sont centrées automatiquement par montage. Elles sont en cuivre électrolytique.

La déflexion se fait dans une boîte de section rectangulaire, en acier inoxydable amagnétique.

Le collecteur est monté sur isolant téflon qui permet, sans précaution spéciale, de tenir un isolement de 10^{11} ohms.

3° Le groupe de pompage

Le groupe de pompage comprend une pompe à palettes à deux étages d'un débit de $3,5 \text{ m}^3/\text{h}$, une pompe à diffusion de 110 l/sec . à 10^{-4} mm Hg et une vanne à voie de 20 mm intercalée entre les deux pompes.

Un baffle à chicanes interdit tout passage d'huile dans la cellule d'analyse.

Le contrôle du vide préliminaire se fait par une jauge thermocouple. La pression dans la cellule d'analyse est mesurée à la jauge à ionisation. La pression résiduelle obtenue dans la cellule est de 10^{-6} mm Hg .

Il est préférable de placer un piège à azote liquide à l'extérieur du spectromètre directement à l'arrivée du gaz. En particulier, cette servitude est absolument indispensable si on emploie le néon comme gaz témoin, sa masse étant très proche de celle de la vapeur d'eau.

L'AMPLIFICATEUR A COURANT CONTINU

L'amplificateur à courant continu est du type à chaîne fermée. Le courant recueilli sur le collecteur développe une tension aux bornes de la résistance d'entrée R_1 de valeur très élevée : 10^{12} Ohms . Cette tension se retrouve à la sortie (sans amplification en tension) aux bornes d'une résistance R_2 de faible valeur. Un millivoltmètre avec atténuateur mesure directement cette tension. Le gain en boucle ouverte est de 7000. L'amplificateur comporte 5 gammes de sensibilité.

La linéarité est de 1 % pour ± 10 volts de tension d'entrée. La dérive est lente (4 mV par heure).

Le bruit de fond maximum est de ± 2 mV, la source d'ions étant en fonctionnement et la tension d'accélération étant de 600 Volts.

L'ALIMENTATION DE LA CELLULE

Trois sources de tension alimentent la cellule. Elles sont branchées en parallèle sur un même transformateur régulateur à fer saturé qui compense les variations du secteur.

La première alimentation, réglable entre 0 et 900 Volts accélère les ions

Le filament assurant l'émission électronique est chauffé sous une tension variable par un alternostat. Il consomme au maximum 4 ampères sous 6 Volts.

L'accélération des électrons est obtenue à partir d'une alimentation réglable débitant au maximum 10 mA sous 250 Volts.

Ces trois alimentations ne peuvent être mises en service que si la pression dans l'installation est inférieure à $5 \cdot 10^{-4}$ mm Hg, ceci afin d'éviter des dommages au filament et l'apparition de claquages électriques.

L'ÉLECTRO-AIMANT

L'électro-aimant est composé de trois pièces : une embase et deux joues. Ces dernières forment à leur partie supérieure un entrefer de 6 mm.

Le champ dans cet entrefer est variable de 1000 à 4000 Oersted, grâce à une alimentation variable en intensité entre 4 et 6 Ampères sous 12 Volts. Deux bobinages sont situés sur les deux joues et le nombre d'ampères-tours à 4000 Oersted est de 3000

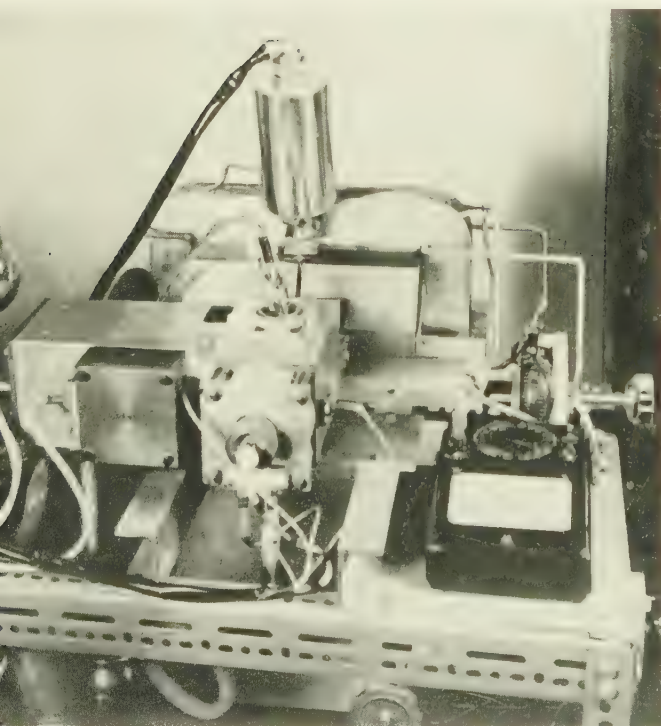


Figure 34

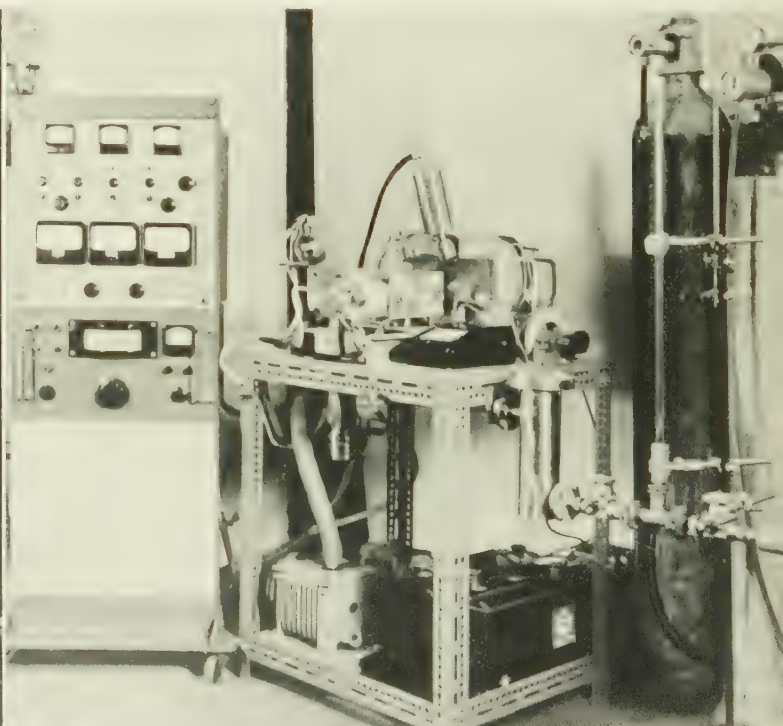


Figure 35

Etalonnage du spectromètre

MÉTHODE

Différentes méthodes d'étalonnage s'offrent à nous pour procéder à la calibration de notre spectromètre détecteur de fuites. Cependant, notre but étant de comparer les qualités de différents gaz témoins, il nous suffira d'adopter l'une de ces méthodes sans avoir à en discuter les avantages et les inconvénients.

Le seul souci auquel notre choix est subordonné est de nous trouver dans les conditions les plus voisines des conditions pratiques de détection. La méthode préconisée par G. MONGODIN [7] semble être celle qui répond le mieux à ce critère.

La *figure 36* schématise le montage utilisé : à l'entrée du détecteur se trouve une fuite étalon de débit connu constant. Un robinet à micro-fuites ajustable permet de faire varier la pression dans la source, et l'on peut ainsi noter, pour chaque gaz, la valeur du signal en fonction de la pression.

On peut également déterminer, toujours pour chaque gaz, la fuite minimum décelable dans les conditions maxima de sensibilité.

MESURE DE DÉBIT ÉTALON

Il est bien évident que la précision intrinsèque de la méthode dépend directement de la mesure du débit étalon :

On sait que l'étalonnage précis des micro-débits est un problème délicat et complexe. Cependant, la valeur du débit étalon ne devant, dans notre cas, que servir de base à des comparaisons, il s'agit pour nous d'obtenir une bonne approximation de mesures, tout en ne mettant en œuvre qu'un dispositif expérimental simple [8]

La *figure 37* schématise le dispositif.

Sur une pompe à diffusion est connecté un dôme en verre. Ce dernier présente deux compartiments séparés par une membrane au centre de laquelle est pratiqué un trou de dimensions rigoureusement connues. Chacun des compartiments est en relation avec une jauge à ionisation.

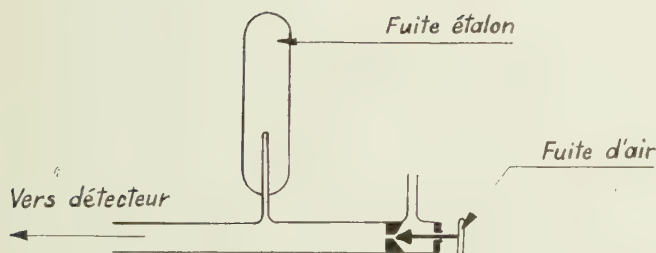


Figure 36

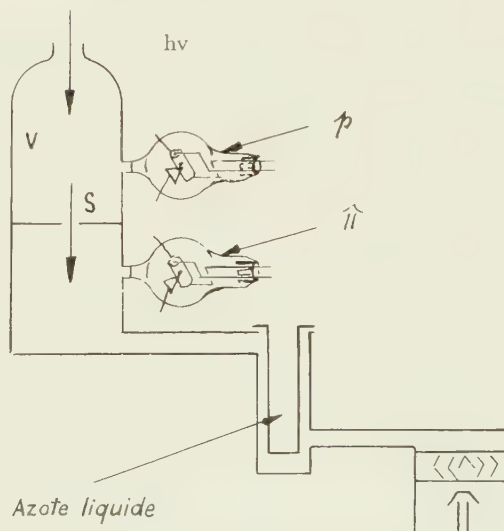


Figure 37

La fuite que l'on veut étalonner est connectée par l'intermédiaire d'un robinet au compartiment supérieur dont le volume est V.

Soit S, la vitesse volumétrique du trou. En l'absence de la fuite (robinet fermé) la pression dans le compartiment du haut est p_0 .

En présence de la fuite, il s'établit un débit d'air h v.

(h : pression en amont de la fuite; v : débit volumétrique.)

La pression dans le compartiment supérieur est p; dans le compartiment inférieur elle est π .

L'expression du débit S à travers un orifice en mince paroi est donnée pour de l'air sec à 20° C par la relation :

$$S = 11.670 A \left(1 - \frac{\pi}{p}\right)$$

π et p étant les pressions de chaque côté du trou.

Le débit volumétrique de la fuite aura donc pour valeur :

$$v = \frac{p - p_0}{h} \quad 11.670 A \left(1 - \frac{\pi}{p}\right)$$

et si $h = 10^6$ Baryes, l'équation s'écrira :

$$v \approx 0.01 A \left(1 - \frac{\pi}{p}\right) (p - p_0)$$

v en cm³/sec à la pression atmosphérique.

A en cm².

π p; p_0 en baryes.

LA FUITE ÉTALON

La fuite étalon est constituée par un tube de verre très effilé, de façon à réaliser un capillaire de diamètre extrêmement faible et de longueur sensiblement égale à 1 cm.

Le tableau suivant donne les valeurs du débit mesuré pour les différents gaz. Si l'on remarque que les débits sont voisins de ceux donnés au tableau de la figure 12, pour un diamètre de capillaire de 10^{-5} cm, il semble utile d'en rappeler les valeurs et de constater que la méthode préconisée donne une approximation suffisante.

	<i>Air</i>	<i>Hydrogène</i>	<i>Hélium</i>	<i>Néon</i>	<i>Argon</i>
Q_1 (cm ³ /sec)	$0,7 \cdot 10^{-5}$	$3 \cdot 10^{-5}$	$2,15 \cdot 10^{-5}$	$1,05 \cdot 10^{-5}$	$0,62 \cdot 10^{-5}$
Q_2 (cm ³ /sec)	$0,99 \cdot 10^{-5}$	$4,04 \cdot 10^{-5}$	$2,72 \cdot 10^{-5}$	$1,19 \cdot 10^{-5}$	$0,84 \cdot 10^{-5}$

Figure 38

Q_1 - valeurs moyennes expérimentales.

Q_2 - valeurs calculées pour $D = 10^{-5}$ cm.

Résultats expérimentaux

Les travaux expérimentaux effectués vont permettre principalement :

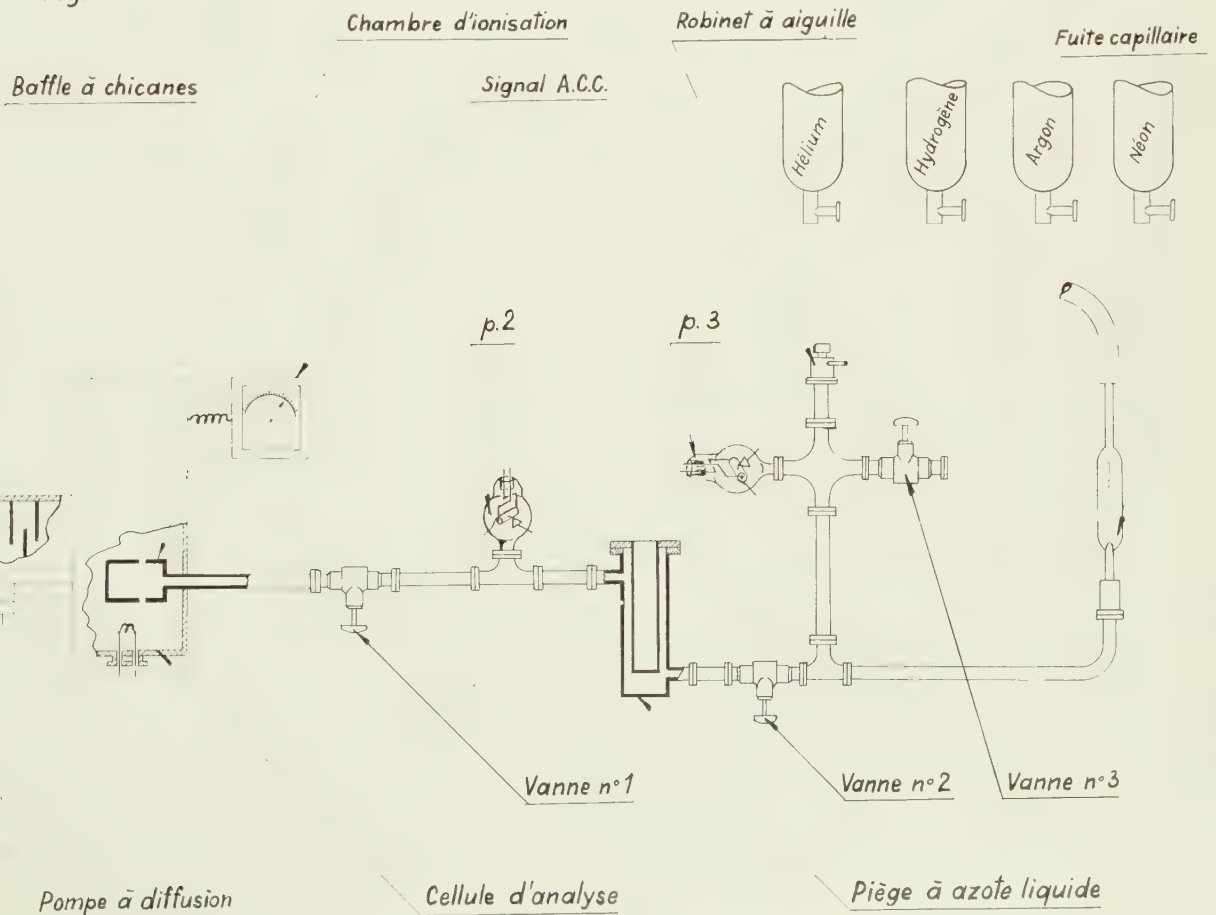
- la comparaison des sensibilités obtenues en fonction de la nature du gaz témoin;
- pour chaque gaz, l'étude de la variation de la sensibilité en fonction de la pression.

DISPOSITIF EXPÉRIMENTAL

Pour procéder à un contrôle d'étanchéité à l'aide d'un spectromètre de masse, il est nécessaire de relier la pièce en test au détecteur, à l'aide d'une canalisation plus ou moins importante, suivant les cas.

Cette canalisation comportera un certain nombre de robinets et autres accessoires permettant en particulier d'isoler et de protéger le détecteur. Les vannes seront prévues et disposées de telle sorte que le spectromètre étant en marche, il soit possible de procéder dans de bonnes conditions, non seulement au contrôle proprement dit, mais également aux opérations de pré-vidage et de changement des pièces à contrôler.

Fig. 39



Ces remarques restent également valables dans notre cas. La seule différence résidera dans le remplacement de la pièce à essayer par la fuite capillaire dont nous avons déjà déterminé le débit.

Le dispositif d'essai (*figure 39*) comprend deux parties principales :

- a) Le système d'isolement;
- b) Le système de calibration.

a) Le système d'isolement

Il est constitué de deux vannes et d'un piège à azote liquide.

La vanne n° 1 isole la chambre à ionisation du reste du dispositif.

Le piège à azote liquide est destiné à protéger la cellule de toute pollution.

La vanne n° 2 permet d'isoler le piège à azote liquide du système de calibration.

La pression P 2 dans cette partie de l'installation est mesurée à l'aide d'une jauge à ionisation.

b) Le système de calibration

En amont de la vanne n° 2 se trouvent la fuite capillaire calibrée et un robinet à aiguille. L'ouverture de ce dernier permet de faire varier la pression p 3 mesurée à l'aide d'une jauge à ionisation. Grâce à la vanne n° 3, la canalisation peut être prévidée par une pompe auxiliaire.

ÉTUDE DES SIGNAUX OBTENUS

a) Conditions

La pression p 3 étant constante, c'est-à-dire la vanne n° 3 et le robinet aiguille étant fermés, le capillaire calibré est placé successivement sous atmosphère du gaz considéré.

On obtient les réglages consignés dans le tableau ci-après, permettant d'observer les signaux optima.

<i>Nature du Gaz</i>	<i>I Bob. défl. (A)</i>	<i>V Filament (V)</i>	<i>I Electronique (mA)</i>	<i>V Accélération (V)</i>
H ₁	0,55	238	10	570
H ₂	0,8	238	10	600
H ₁	1,15	238	10	600
He	1,18	238	10	600
Ne	2,15	200	9,8	545
A	2,15	200	9,8	545
A	3,5	238	10	630

Figure 40

b) Variation du signal en fonction de la tension d'accélération

Pour ce faire, il a été procédé de la façon suivante :

1° La fuite capillaire étant placée sous atmosphère du gaz témoin considéré, les valeurs du signal obtenu sont relevées en fonction de la variation de la tension d'accélération.

2° La fuite capillaire étant placée sous atmosphère d'un gaz pur, différent du gaz témoin considéré, les valeurs du signal résiduel obtenu sont relevées en fonction de la variation de la tension d'accélération.

Les courbes (fig. 41 à 50) illustrent les résultats obtenus.

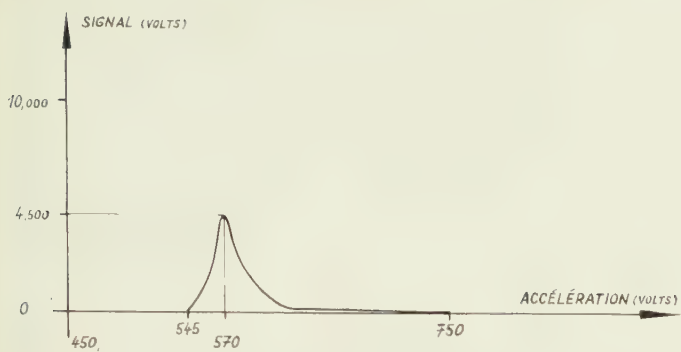


Fig. 41. — HYDROGENE $\frac{m}{q} = 1$ - signal permanent

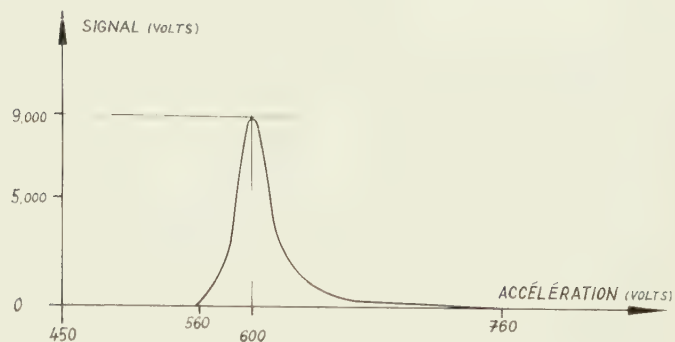


Fig. 44. — HELIUM $\frac{m}{q} = 4$ - signal total (absence de signal résiduel)

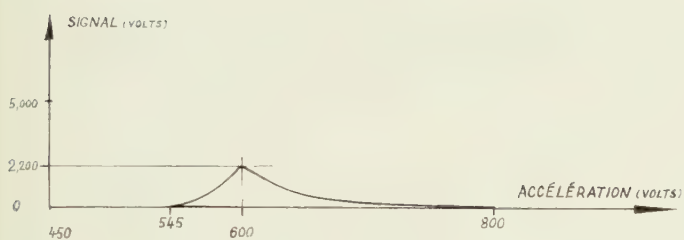


Fig. 42. — HYDROGENE $\frac{m}{q} = 2$ - signal résiduel

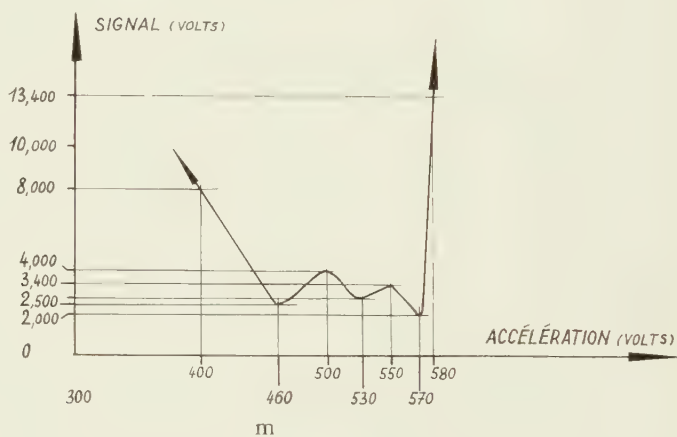


Fig. 45. — NEON $\frac{m}{q} = 20$ - signal résiduel

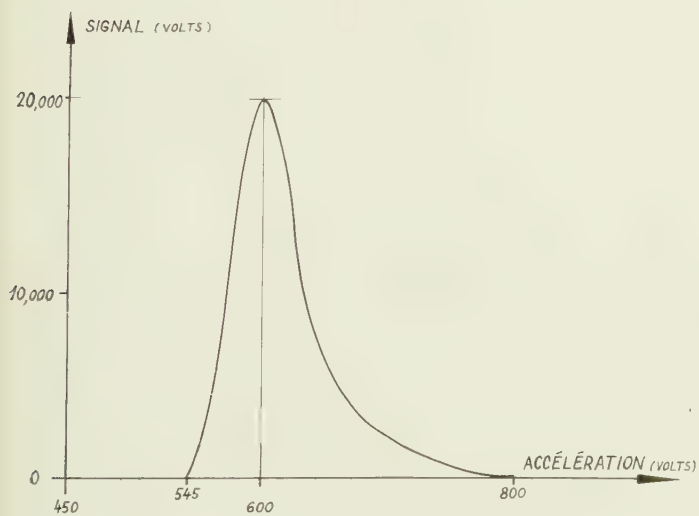


Fig. 43. — HYDROGENE $\frac{m}{q} = 2$ - signal total

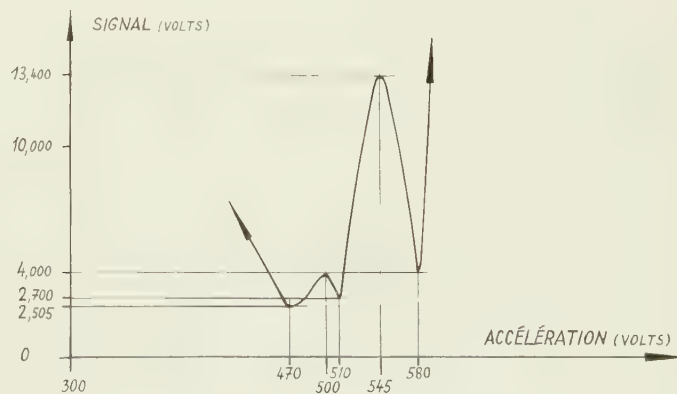


Fig. 46. — NEON $\frac{m}{q} = 20$ - signal total

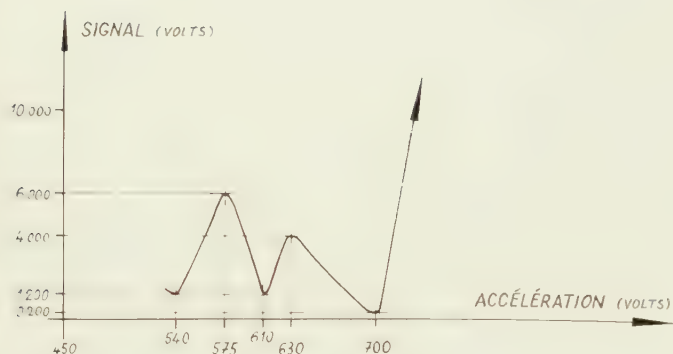


Fig. 47. — ARGON $\frac{m}{q} = 40$ - signal résiduel

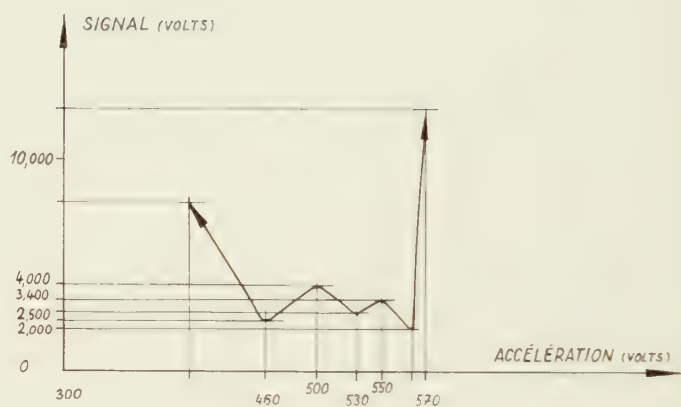


Fig. 49. — ARGON $\frac{m}{q} = 20$ (A⁺) - signal résiduel

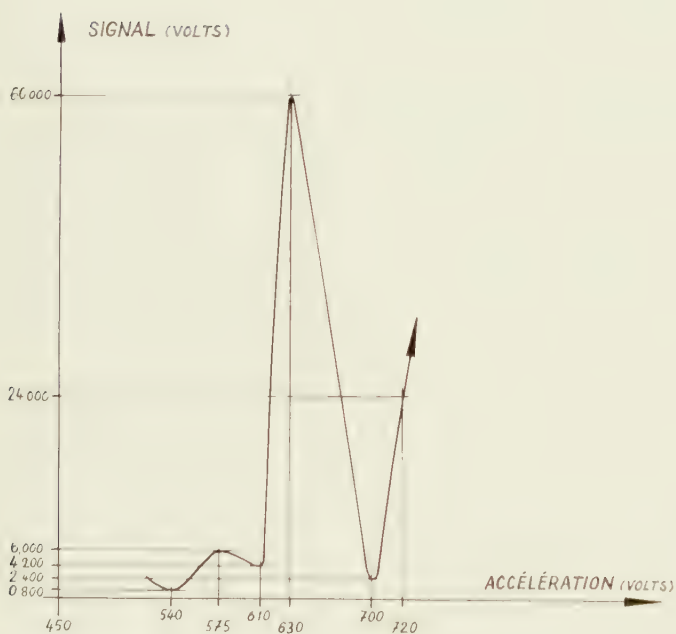


Fig. 48. — ARGON $\frac{m}{q} = 40$ - signal total

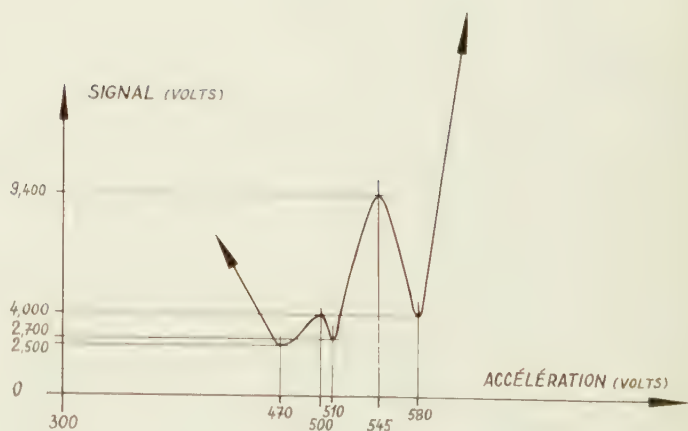


Fig. 50. — ARGON $\frac{m}{q} = 20$ (A⁺) - signal total

SENSIBILITÉS

a) Définition

La sensibilité maximum pour chacun des gaz peut être définie comme étant le rapport du débit de fuite sur le signal utile correspondant à ce débit.

Le signal utile est la différence entre le signal maximum obtenu en présence du gaz témoin, et le signal résiduel obtenu en son absence.

La valeur minimum décelable du signal étant pour notre appareil de 1 mV, on remarquera qu'on peut définir une sensibilité exprimée en débit du gaz témoin et une sensibilité exprimée en débit apparent d'air.

Dans le premier cas, nous aurons :

$$\text{Sensibilité (en cm}^3 \text{ s}^{-1} \text{ du gaz témoin à la pression atmosphérique)} \dots\dots\dots = \frac{Q_1 \text{ gaz témoin (en cm}^3 \text{ s}^{-1})}{\text{signal utile (mV)}}$$

Dans le second cas, nous aurons :

$$\text{sensibilité (en cm}^3 \text{ s}^{-1} \text{ d'air à la pression atmosphérique)} \dots\dots\dots = \frac{Q_1 \text{ air (en cm}^3 \text{ s}^{-1})}{\text{signal utile (mV)}}$$

Fig. 49

NOTA - Les valeurs de Q_1 de notre capillaire sont données au chapitre précédent, tableau figure 38.

b) Résultats

Nature du gaz témoin	m — q	Tension acc. pour max. du signal (Volts)	Signal résiduel (mV)	Signal total (mV)	Signal utile (mV)	Sensibilité débit en gaz témoin atm. cm ³ s ⁻¹	Sensibilité débit apparent atm. cm ³ s ⁻¹
H ₂	2	600	2.200	20.000	17.800	1,7 . 10 ⁻⁹	3,9. 10 ⁻¹⁰
He	4	600	ε	9.000	9.000	2,3 . 10 ⁻⁹	7,7. 10 ⁻¹⁰
Ne	20	545	3.400	13.400	10.000	1,05. 10 ⁻⁹	7. 10 ⁻¹⁰
A	10	630	4.000	60.000	56.000	0,1 . 10 ⁻⁹	1,2. 10 ⁻¹⁰
A	20	545	3.400	9.400	6.000	≈ 1. 10 ⁻⁹	≈ 10. 10 ⁻¹⁰

Figure 51

VARIATIONS DU SIGNAL

EN FONCTION DE LA PRESSION D'ENTRÉE

a) Conditions

La fuite calibrée étant constante, et la vanne n° 3 étant fermée, on fait varier la pression p 3. La tension filament est réglée de telle façon que les sensibilités respectives obtenues avec les différents gaz soient comparables.

Pour chacune des tensions d'accélération précédemment déterminée, on note :

- Les valeurs du signal résiduel en l'absence de gaz témoin;
- Les valeurs du signal total, le capillaire calibré étant plongé dans le gaz considéré.

b) Résultats

Les courbes ci-après illustrent les résultats obtenus

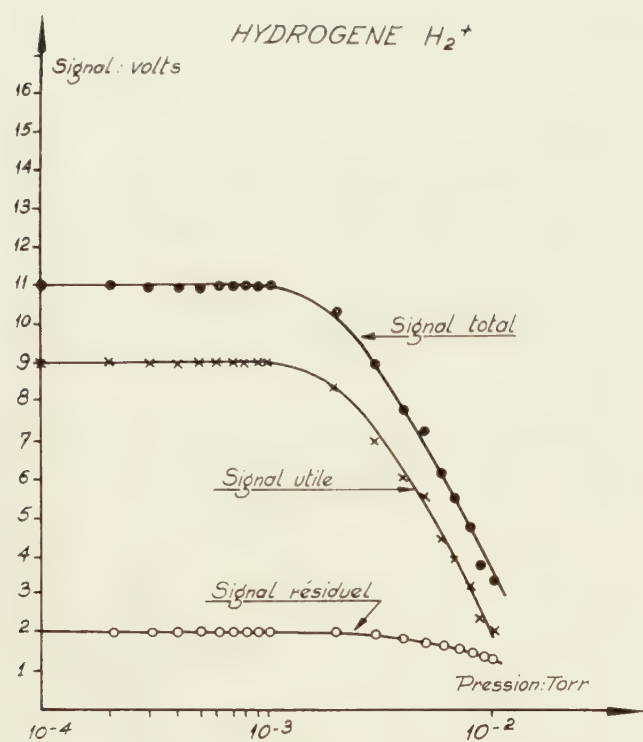


Fig. 52. Variation des signaux en fonction de la pression P 3

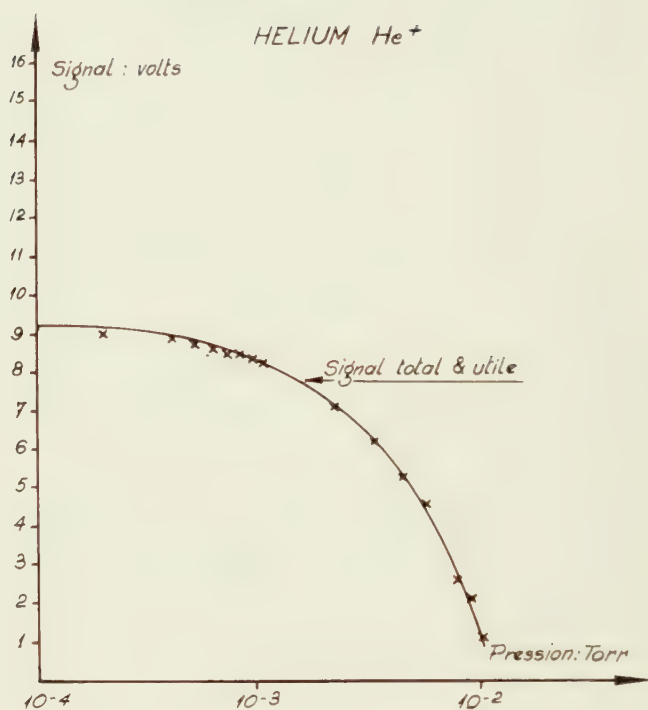


Fig. 53. Variation des signaux en fonction de la pression P 3

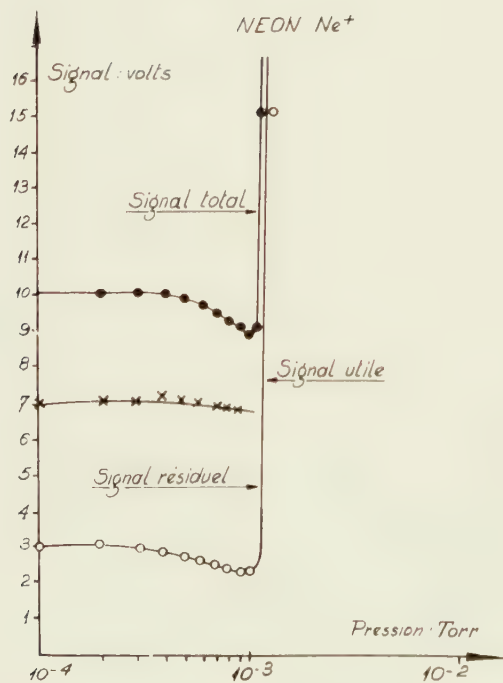


Fig. 54. Variation des signaux en fonction de la pression P 3

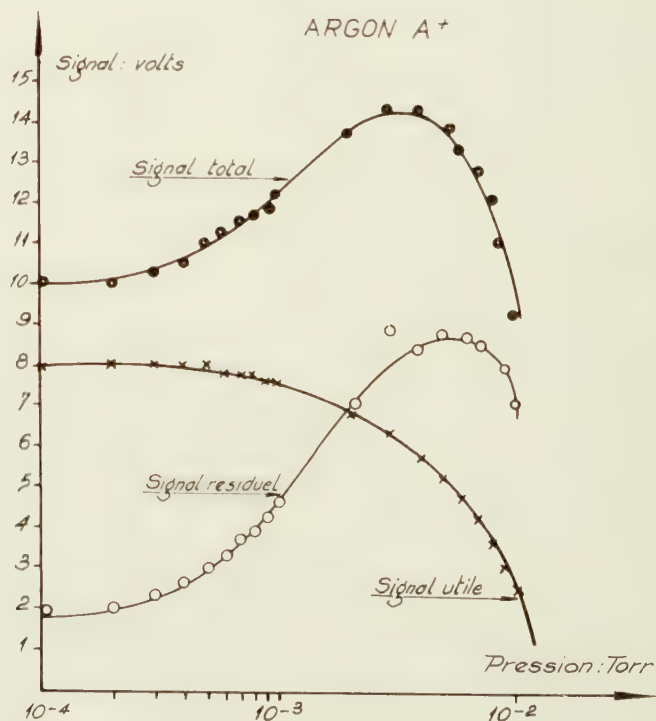


Fig. 55. Variation des signaux en fonction de la pression P 3

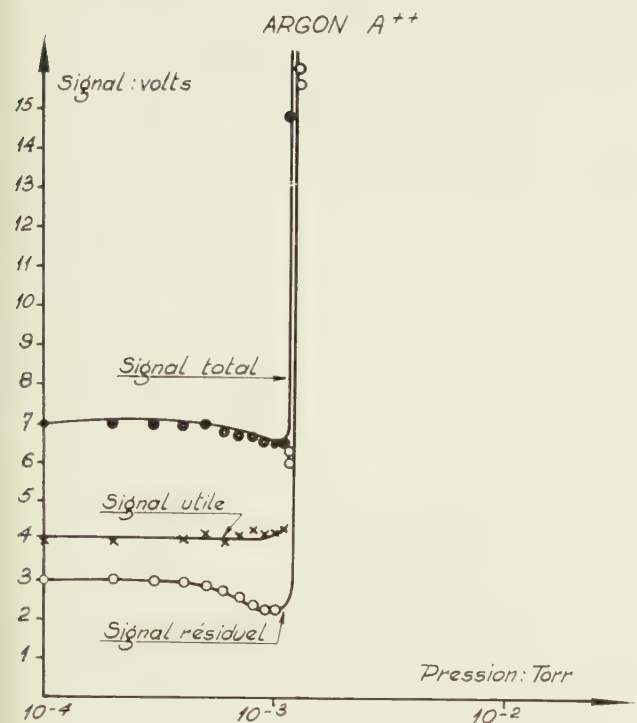


Figure 56 — Variation des signaux en fonction de la pression P 3.

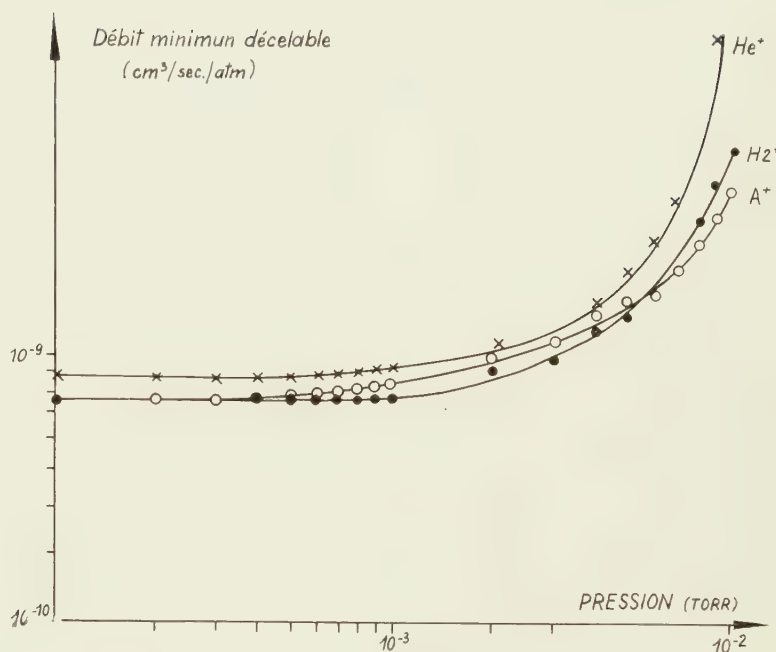


Figure 57

Les courbes (fig. 52 à 56) illustrent les variations des signaux en fonction de la pression p. 3.

Les courbes (fig. 57) représentent, pour l'hydrogène, l'hélium et l'argon, les variations du débit minimum décelable en fonction de la pression P 3.

INFLUENCE DE LA PURETÉ DU GAZ SUR LA SENSIBILITÉ

Conditions

La pression p 3 étant constante, le capillaire calibré est placé successivement sous atmosphère de mélanges, contenant un pourcentage connu du gaz témoin étudié

Résultats

Nature	Mélange (en % d'He)	Tension accélération (en V)	% du signal total	Signal résiduel (mV)	Signal total (mV)
Hélium	99.997	600	100	ε	8950
Air-hélium	50	600	50	ε	4480
Hénogal	35	600	33	ε	3040
Hémixal	20	600	22	ε	1970

Figure 58

Les résultats ci-dessus sont illustrés par la figure 59.

Fig. 59 — Valeur du signal en fonction de la pureté du gaz témoin.



REMARQUES

Comme nous l'avons déjà indiqué au Chapitre V, notre capillaire calibré est constitué par un tube de verre très effilé.

On sait, par ailleurs, que certains gaz (l'hélium en particulier) ont la propriété de diffuser à travers les verres à la température ambiante. Des mesures sont donc nécessaires, afin d'estimer la vitesse de diffusion et de discriminer, si besoin, le signal dû au débit du capillaire du signal parasite.

Conditions

Toutes choses égales par ailleurs, le capillaire calibré est successivement remplacé par des tubes de pyrex dont les parois sont d'épaisseurs différentes, et les surfaces apparentes sensiblement équivalentes à la surface extérieure du capillaire en contact avec le gaz témoin.

Il est ainsi possible de déterminer le temps maximum pendant lequel la mesure de débit ne sera pas entachée de l'erreur due au phénomène de diffusion.

Résultats

Aucun signal décelable n'a été enregistré pendant un temps inférieur à 30 minutes avec l'hydrogène, le néon et l'argon.

Les résultats ci-après ont été obtenus avec de l'hélium :

— matière Pyrex;

— surface apparente en contact avec le gaz : 15 cm²;

débit minimum décelable : 2,3. 10⁻⁹ atm.cm³.s⁻¹ (d'hélium).

Le temps nécessaire à la mesure des débits ne devra donc pas excéder 20 minutes, temps au-dessus duquel on risque d'introduire une erreur due à la diffusion.

épaisseur (en mm)					
10/100		15/100		20/100	
temps (min)	Signal (mV)	temps	Signal	temps	Signal
0	0	0	0	0	0
10	0	10	0	65	0
20	0	20	0	80	32
30	10	28	0	120	536
60	140	60	72	150	1208
80	332	80	302	180	2012
120	1150	120	1217	210	2232
150	1814	150	1840	240	2408
180	2002	180	2204		
210	2212	210	2326		
240	2710	240	2518		

Figure 60

Discussion des résultats

REMARQUES GÉNÉRALES

a) Remarques relatives au fonctionnement du spectromètre utilisé

L'allure des spectres obtenus (fig. 41 à 50) montre que le système de focalisation décrit au Chapitre IV est parfaitement utilisable dans la conception d'un spectromètre détecteur de fuites.

Il faut noter, cependant, que le profil de l'électro-aimant déterminant la frontière d'entrée du champ magnétique a été corrigé suivant la méthode empirique déjà signalée.

La séparation des masses est acceptable, sauf à haute pression dans le cas de Ne^+ et A^{++} (fig. 54 et 56) où la présence du pic à vapeur d'eau ($m/q = 18$) perturbe absolument les résultats obtenus.

La sensibilité est suffisante pour mener à bien l'étude comparative des différents gaz. On notera cependant qu'au cours de travaux ultérieurs à ceux ici mentionnés, des débits d'hélium de l'ordre de 10^{-12} atm. $\text{cm}^3 \text{s}^{-1}$ ont été mis en évidence.

b) Variation de la sensibilité en fonction de la pression

Les courbes représentées fig. 57 permettent de constater que le débit minimum décelable varie en fonction de la pression. Il reste constant pour des pressions de travail relativement basses ($p < 5 \cdot 10^{-4}$ Torr). Pour des pressions de l'ordre de 10^{-3} Torr, le signal ne donne plus qu'une sensibilité égale à environ 90 % de la sensibilité maximum. On remarquera que le phénomène est pratiquement le même, quelle que soit la nature du gaz employé.

c) Sensibilités relatives et signaux résiduels

Les considérations théoriques exposées au Chapitre II autorisaient à penser que l'Argon et l'Hydrogène permettaient d'obtenir un nombre d'ions plus élevé que l'Hélium et le Néon.

L'étude des sensibilités apparentes, seules comparables entre elles, montre que les résultats expérimentaux concordent avec les prévisions théoriques.

On pourrait établir une classification des quatre gaz utilisés par ordre de sensibilité décroissante; une telle classification est d'un intérêt secondaire, car d'autres facteurs pratiques mis en évidence par nos mesures, interviennent au moins autant que la sensibilité propre, dans le choix du gaz témoin. Ce sont :

— l'importance du signal résiduel et sa variation avec la pression.

Nous avons vu au Chapitre II que le gaz témoin devait avoir entre autres qualités celles de ne pas exister en quantité importante dans l'atmosphère et de ne pas figurer dans les produits de dégazage. Mais la sensibilité de notre appareil est telle qu'il détecte même un gaz tel que l'Argon qui entre pourtant pour une faible part dans la composition de l'air atmosphérique. Il s'établit donc dans ce cas un signal résiduel permanent. La présence de ce signal, s'il est de faible importance, n'est pas gênante dans une opération de détection (même lorsqu'il s'agit d'une localisation), à condition qu'il reste constant dans le temps et en fonction de la pression.

Or, les courbes représentées fig. 52 à 56 montrent que le signal résiduel varie avec la pression à laquelle on travaille. Cette constatation est très importante, car c'est

elle qui va en premier lieu limiter l'utilisation de certains gaz. En effet, la pression de travail est déterminée en pratique par la capacité d'aspiration de la pompe auxiliaire employée, par la surface dégazante de l'enceinte en test et surtout par la quantité et l'importance des orifices parasites. Ces derniers n'étant évidemment pas connus avant l'opération, et la pression dans l'enceinte étant une fonction du temps, il n'est pas aisé d'effectuer un contrôle d'étanchéité dans ces conditions.

NOTA : Une solution simple pour affaiblir ou éliminer le signal résiduel consiste à diminuer le courant électronique nominal. Cette opération a évidemment aussi pour effet de diminuer la sensibilité.

COMPARAISON QUALITATIVE DES DIFFÉRENTS GAZ

a) Hydrogène

La sensibilité obtenue avec l'hydrogène est très bonne. Elle est, dans les conditions précitées, deux fois supérieure à celle obtenue avec l'hélium. Cependant, on constate la présence d'un signal résiduel. L'hydrogène n'entrant pas dans la composition de l'air atmosphérique en quantité appréciable il est admis qu'il prend naissance dans la source d'ions du spectromètre.

On remarquera que la valeur du signal résiduel est indépendante de la pression dans une très grande gamme beaucoup plus étendue que pour les autres gaz.

Le contrôle d'étanchéité à l'aide de l'hydrogène est donc parfaitement pensable. Deux restrictions cependant :

1° L'hydrogène peut également provenir, dans une certaine mesure, soit du système de pompage, soit du processus de pompage : la précision de la méthode devient alors moins bonne le signal résiduel n'étant pas constant :

2° La manipulation de grande quantité d'hydrogène (cas d'une détection globale sur des pièces importantes) peut être dangereuse.

b) Hélium

La sensibilité à l'hélium est plus faible que celles obtenues avec l'argon ou l'hydrogène. Cependant, l'absence totale de signal résiduel permet une précision qu'aucun autre gaz n'est capable de fournir.

Nous avons pu remarquer que ce gaz diffusait très facilement à la température ordinaire, à travers des parois de verre ou de caoutchouc. Il est donc permis de penser qu'un contrôle d'étanchéité d'installation comprenant des joints ou des pièces en verre comporte une part d'incertitude. En fait, dans le cas des pièces en verre, les parois de ces dernières sont rarement inférieures au millimètre et, comme le montrent les valeurs (fig. 60), une détection, même globale est possible. Quant aux joints en caoutchouc, ou autres polymères, la surface en contact avec le gaz est généralement trop faible pour qu'un signal parasite dû à l'hélium diffusant apparaisse pendant le temps d'une détection normale.

c) Néon

La sensibilité obtenue est du même ordre que celle obtenue avec l'hélium. Le signal résiduel, dû à l'argon deux fois ionisé ($\frac{m}{q} = 20$) est relativement important ; sa valeur est une fonction de la pression de travail. La présence de vapeur d'eau ($\frac{m}{q} = 18$) rend pratiquement une détection impossible à partir d'une valeur de pression encore relativement basse. Ces considérations montrent que l'emploi de ce gaz est peu intéressant dans le contrôle de l'étanchéité par spectromètre de masse.

d) Argon

La sensibilité obtenue est très supérieure à celle des autres gaz (trois fois celle de l'hydrogène, six fois celle de l'hélium).

Cependant, le signal résiduel dû à l'argon contenu dans l'air atmosphérique a une valeur telle qu'on est réduit à diminuer le rendement de la source pour pouvoir effectuer une détection dans de bonnes conditions. La sensibilité maximum obtenue à ce moment, et dans les conditions de notre expérience, n'était plus que de 10^{-7} atm. cm³ s⁻¹.

e) Mélanges gazeux

L'emploi de mélanges gazeux est possible. Les résultats obtenus, en particulier avec l'hémixal et l'hénogal montrent que la valeur du signal est proportionnelle au pourcentage de gaz témoin contenu dans le mélange employé.

RÉSUMÉ

Nous venons donc de montrer qu'il est possible de pratiquer des contrôles d'étanchéité à l'aide d'un spectromètre de masse, en employant l'un des gaz étudiés : hydrogène, hélium, néon ou argon.

Le choix technique est en définitive intimement lié à l'absence ou à la faible importance du signal résiduel observé.

En résumé, l'argon et l'hydrogène permettent d'obtenir des sensibilités propres importantes, mais ils présentent un signal résiduel qui gêne l'opération pratique de détection.

L'hélium permet d'obtenir des sensibilités propres plus faibles, mais l'absence totale de signal résiduel confère à son emploi une excellente précision.

La sensibilité obtenue avec le néon est du même ordre que celle réalisée avec l'hélium (cette faible sensibilité alliée à un signal résiduel dû à l'argon deux fois ionisé le rend impropre à la détection pratique).

En fait, si l'on considère que la manipulation de l'hydrogène peut être dangereuse, le présent travail permet de conclure que seuls l'argon et l'hélium sont utilisables :

- l'hélium pour la précision obtenue,
- l'argon pour son faible prix.

CONCLUSION

Si l'on suppose bien vidé un volume de 1 cm³, dans lequel aucun dégazage ne se produit, il faudra — en admettant une fuite constante d'air dont le débit est de 10^{-10} atm. cm³ s⁻¹ — environ deux siècles pour ramener sa pression interne aux environs de la pression atmosphérique.

Le degré d'étanchéité recherché dépend exclusivement du cas considéré.

Certains auteurs ont pu, par exemple, définir que pour les semi-conducteurs une sensibilité de détection de 10^{-14} atm. cm³ s⁻¹ serait souhaitable pour garantir une durée de vie de vingt ans pour un élément de 1 cm³ de volume. Mais, cette sensibilité serait non seulement superflue, mais nuisible, dans le cas du contrôle d'un ensemble chaudronné destiné à contenir un liquide, ou dans lequel un vide même moléculaire doit être réalisé.

Dans la grande majorité des applications, les sensibilités obtenues avec notre appareil, en utilisant soit l'hélium, soit l'argon, soit des mélanges plus ou moins riches en hélium, sont parfaitement suffisantes.

L'hélium, gaz cher et produit importé, ne sera employé que pour des contrôles sévères ou des localisations précises ; l'argon et les mélanges, beaucoup moins coûteux, élaborés en France en grande quantité, permettront d'effectuer en toute certitude des détections de moindre importance.

Cependant, la naissance d'un besoin impératif de sensibilités supérieures à celles couramment exigées à ce jour, conduit à une nouvelle évolution des spectromètres de masse détecteurs.

De telles sensibilités exigent d'effectuer les détections à des pressions de travail beaucoup plus basses que celles que nous avons considérées. Il est alors permis de penser que l'emploi de l'argon se généralisera, moins d'ailleurs pour sa qualité de gaz économique que pour les sensibilités qu'il permet d'obtenir.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] — F.A. PANETH. *Quarterly J.R. Meteo. Soc.* 1937, 63, 433.
- [2] — J. AMOIGNON et G. MONGODIN. *Le Vide*, 1957, 71, 371.
- [3] — *Annual Report of the Secretary of the Interior*, 1956, p. 162, 63.
- [4] — *Chemical Week*, 22 mars 1958, p. 26.
- [5] — CASSIGNOL et NIEF. *C.R. Académie des Sciences*, 1951, 232, 615, 617.
- [6] — CASSIGNOL, B. LEVY et J. MOREAU. *Rapport C.E.A.* n° 80.
- [7] — G. MONGODIN. *Le Vide*, 1957, 71, 395.
- [8] — J. AMOIGNON, J. DELCHER, R. GELLER. *Le Vide*, 1957, 68, 176.

REMERCIEMENTS

J'exprime ma gratitude à M. le Professeur M. MORAND, qui m'a fait l'honneur de patronner cette thèse et de suivre mes travaux avec une attention toujours bienveillante.

Je remercie les Directions du « Laboratoire des Basses Pressions » et de la « Société Générale du Vide » qui ont bien voulu me permettre d'utiliser des résultats de recherches afin de rédiger le présent mémoire.

Grâce aux conseils de M. J. MOREAU, spécialiste chevronné de la spectrométrie de masse, j'ai pu vaincre rapidement les difficultés relatives à la mise au point de l'appareil. Qu'il trouve ici l'expression de ma reconnaissance.

Qu'il me soit permis de citer mes collègues J.-L. CHATEL, H. DETERCK, A. GUIHERY, G. LAMBERT, C. PORCHER, pour leur franche et précieuse collaboration.

Je remercie également MM. G. MONGODIN et R. HENRY, dont les conseils éclairés m'ont permis de préciser certaines idées.

Je sais infiniment gré à M^{me} H. QUEYROI des soins et de la bonne grâce dont elle a fait preuve au cours du travail ingrat de mise en page.

Je remercie M. Tixier, Directeur de la Revue « Energie » qui a bien voulu accepter d'imprimer ce mémoire.

Enfin, l'aboutissement de ce travail est pour moi l'occasion d'exprimer à M. R. CHAMPEIX ma très profonde gratitude ; je le remercie de la confiance, des conseils et des encouragements qu'il n'a cessé de me prodiguer depuis le début de ma carrière.

